



**SKRIPSI**

**PENGARUH VARIASI RASIO MOL  
 $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  PADA PEMBENTUKAN ZEOLIT Y  
DARI KAOLIN MELALUI TAHAP  
METAKAOLINISASI**

NABIL AHMAD RIZALDI  
NRP. 1413 100 109

Dosen Pembimbing  
Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc

DEPARTEMEN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2017



---

## **SCRIPT**

# **INFLUENCE OF $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ MOL RATIO ON THE FORMATION OF ZEOLITE Y FROM KAOLIN VIA METAKAOLINIZATION**

NABIL AHMAD RIZALDI

NRP 1413 100 109

Advisor Lecturer

Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.

DEPARTMENT OF CHEMISTRY

FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCES

INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER

SURABAYA

2017

**PENGARUH VARIASI RASIO MOL  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  PADA  
PEMBENTUKAN ZEOLIT Y DARI KAOLIN MELALUI  
TAHAP METAKAOLINISASI**

**SKRIPSI**

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat  
Memperoleh Gelar Sarjana Sains  
pada  
Program Studi S-1 Departemen Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh:

**NABIL AHMAD RIZALDI**

NRP. 1413 100 109

**DEPARTEMEN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2017**

**LEMBAR PENGESAHAN**

**PENGARUH VARIASI RASIO MOL  $\text{Na}_2\text{O}$ /  $\text{SiO}_2$  PADA  
PEMBENTUKAN ZEOLIT Y DARI KAOLIN MELALUI  
TAHAP METAKAOLINISASI**

**SKRIPSI**

Disusun Oleh :

**NABIL AHMAD RIZALDI**

**NRP. 1413 100 109**

Surabaya, 28 Juli 2017

Menyetujui,  
Dosen Pembimbing



**Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc**

**NIP. 19710616 199703 1 002**

Mengetahui,  
Kepala Departemen Kimia



**Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc**

**NIP. 19710616 199703 1 002**

# **PENGARUH VARIASI RASIO MOL $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ PADA PEMBENTUKAN ZEOLIT Y DARI KAOLIN MELALUI TAHAP METAKAOLINISASI**

**Nama** : Nabil Ahmad Rizaldi  
**NRP** : 1413100109  
**Jurusan** : Kimia FMIPA-ITS  
**Dosen Pembimbing** : Prof. Dr. Didik Prasetyoko, S.Si., M.Sc.

## **Abstrak**

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  terhadap sintesis zeolit Y melalui tahap metakaolinsiasi. Sintesis zeolit Y dilakukan dengan metakaolin sebagai prekursor diikuti dengan komposisi variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  4-10  $\text{Na}_2\text{O} : \text{Al}_2\text{O}_3 : 10 \text{SiO}_2 : 180 \text{H}_2\text{O}$  melalui proses pemeraman dan hidrotermal selama 24 jam pada suhu  $100^\circ\text{C}$ . Padatan hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan difraksi sinar-X (*XRD*), spektroskopi inframerah (*FTIR*) dan *Scanning Electron Microscopy Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX). Hasil karakterisasi dengan XRD dan spektroskopi inframerah menunjukkan fase zeolit Y terbentuk pada variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 6$  dan 8. Pada variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 10$  terbentuk fase sodalit. Hasil SEM-EDX menunjukkan morfologi hasil sintesis pada variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 6$  dan 8 menyerupai bentuk oktahedral dengan perbandingan rasio  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  sebesar 2,36; 2,78 dan 3,92.

**Kata kunci:** Sodalit, Zeolit Y, variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ , metakaolin

# **INFLUENCE OF $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ MOL RATIO ON THE FORMATION OF ZEOLITE Y VIA METAKAOLINIZATION**

**Name** : Nabil Ahmad Rizaldi  
**NRP** : 1413100109  
**Departement** : Kimia FMIPA-ITS  
**Advisor Lecture** : Prof. Dr. Didik Prasetyoko, S.Si., M.Sc.

## **Abstract**

The purpose of this research was studied the effect of variation  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  mol ratio towards synthesis zeolite Y through metakaolinization. Synthesis of zeolite Y was done by metakaolin as precursor and variation of the mol ratio 4-10  $\text{Na}_2\text{O} : \text{Al}_2\text{O}_3 : 10 \text{SiO}_2 : 180 \text{H}_2\text{O}$  following by *aging* and hydrothermal process for 24 hours at  $100^\circ\text{C}$ . Solid products were characterized using infrared spectroscopy (*FTIR*), X-ray diffraction (*XRD*), Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray (*SEM-EDX*). The result of XRD diffractometer showed zeolite Y was formed at  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 6$  and 8 mol ratio. Sodalit phase was formed on variation  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 10$  mol ratio. SEM micrograf showed that mol variation ratio  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 6$  and 8 approach octahedral form with ratio  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  2,36; 2,78 and 3,92.

*keyword: Sodalit, Zeolit Y, Metakaolin, Variation of the mol ratio  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$*

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT yang selalu melimpahkan rahmat dan karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan tugas akhir ini yang berjudul **“Pengaruh variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  pada pembentukan zeolit Y dari kaolin melalui tahap metakaolinisasi”**. Dengan penuh kerendahan hati, penulis menyampaikan terimakasih sebesar- besarnya kepada:

1. Bapak Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc, selaku Kepala Departemen Kimia dan dosen pembimbing atas fasilitas yang telah diberikan serta bimbingan dan dukungan selama proses penyusunan naskah tugas akhir ini.
2. Bapak Dr. Djoko Hartanto, M.Si, selaku kepala laboratorium Kimia Material dan Energi yang telah memberikan fasilitas selama pengerjaan tugas akhir ini.
3. Bapak Prof. Dr. Taslim Ersam, M.S, selaku dosen wali yang telah membimbing proses akademik selama perkuliahan
4. Kedua orang tua saya yang tidak pernah menyerah memberikan support yang sangat besar terhadap saya
5. Sahabat-sahabat terbaik saya yang selalu memberikan semangat selama saya mengerjakan tugas akhir ini terutama untuk Vena Zulfiah, Retno, Binsar, Taufik, Faqri, Hariono, Randy, serta Nur Azizah Agustina, mas Erfan dan teman-teman Anorthite

Penulis menyadari bahwa penulisan tugas akhir ini masih jauh dari sempurna, oleh karena itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun. Semoga tugas akhir ini dapat memberikan manfaat bagi penulis dan pembaca.

Surabaya, 28 Juli 2017

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>LEMBAR PENGESAHAN</b> .....	<b>iv</b>
<b>Abstrak</b> .....	<b>v</b>
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	<b>vii</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>viii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>xi</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>xii</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	<b>xiii</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	4
1.3 Batasan Penelitian .....	5
1.4 Tujuan Penelitian.....	5
1.5 Manfaat Penelitian.....	5
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	<b>7</b>
2.1 Zeolit .....	7
2.2 Struktur Zeolit .....	8
2.3 Klasifikasi Zeolit .....	10
2.3.1 Zeolit Alam.....	10
2.3.2 Zeolit Sintetis .....	11
2.4 Zeolit Y.....	12
2.4.1 Pengertian Zeolit Y .....	12
2.4.2 Sintesis Zeolit Y .....	13
2.5 Kaolin .....	14
2.5.1 Fase Transisi Metakaolin.....	15
2.6 Pengaruh Variasi Komposisi Na <sub>2</sub> O .....	16
2.7 Hidrotermal.....	17
2.8 Karakterisasi.....	18



2.8.1	<i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) .....	18
2.8.2	Penentuan ikatan pada sampel dengan metode <i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i> (FTIR) .....	20
2.8.3	Scanning Electron Microscope – Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX) .....	22
<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....</b>		<b>25</b>
3.1	Alat dan Bahan .....	25
3.1.1	Alat.....	25
3.1.2	Bahan.....	25
3.2	Prosedur Kerja.....	25
3.2.1	Tahap Metakaolinisasi.....	25
3.2.2	Sintesis Zeolit Y .....	26
3.3	Karakterisasi Hasil Sintesis .....	28
3.3.1	XRD ( <i>X-Ray Diffraction</i> ) .....	28
3.3.1	<i>Fourier Transform-Infra Red</i> (FTIR) .....	29
3.3.3	SEM-EDX ( <i>Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray</i> ) .....	29
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>		<b>31</b>
4.1	Tahap Metakaolinisasi Kaolin Bangka Belitung .....	31
4.2	Sintesis Zeolit Y .....	35
4.2	Karakterisasi Zeolit Y .....	37
4.2.1	Difraksi Sinar-X (XRD) .....	37
4.2.2	Spektroskopi Inframerah ( <i>Fourier Transform Infrared</i> ) .....	42
4.2.3	Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX).....	46
<b>BAB V.....</b>		<b>51</b>
<b>KESIMPULAN.....</b>		<b>51</b>
5.1	Kesimpulan.....	51

5.2	Saran.....	51
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>		<b>53</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN .....</b>		<b>62</b>
<b>BIODATA PENULIS.....</b>		<b>85</b>

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Unit Bangun Primer Zeolit.....	8
Gambar 2.2	Unit Bangun Sekunder Zeolit.....	9
Gambar 2.3	Unit Bangun Tersier Zeolit.....	10
Gambar 2.4	Struktur Kerangka Faujasit.....	13
Gambar 2.5	Struktur atom kaolinite.....	15
Gambar 2.6	Proses Hidrotermal.....	18
Gambar 2.7	Sudut Difraksi Sinar-X.....	19
Gambar 2.8	Difraktogram Zeolit Y.....	20
Gambar 2.9	Interferometer FTIR.....	21
Gambar 2.10	Spektra Inframerah zeolit Y.....	21
Gambar 2.11	Komponen SEM.....	22
Gambar 2.12	Mikrograf Zeolit Y.....	23
Gambar 4.1	Produk Metakaolin.....	33
Gambar 4.2	Difraktogram XRD Kaolin dan Metakaolin.....	33
Gambar 4.3	Spektra Inframerah Metakaolin dan Kaolin.....	34
Gambar 4.4	Perlakuan Sintesis.....	37
Gambar 4.5	Difraktogram XRD metakaolin, zeolit pembanding dan variasi rasio $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 4, 6, 8 dan 10.....	38
Gambar 4.6	Spektra Inframerah hasil sintesis metakaolin; zeolit pembanding dan variasi rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 4, 6, 8 dan 10.....	43
Gambar 4.7	Mikrograf SEM Metakaolin.....	46
Gambar 4.8 A	Mikrograf hasil sintesis 6 $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ .....	48
Gambar 4.8 B	Mikrograf hasil sintesis 8 $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ .....	48
Gambar 4.8 C	Mikrograf sampel zeolit pembanding.....	49
Gambar 4.9	Analisis distribusi unsur sampel pada EDX.....	50

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Jenis-jenis zeolit Alam.....	10
Tabel 2.2 Jenis-jenis zeolit Sintetis.....	11
Tabel 4.1 Data XRF komposisi Kaolin Bangka Belitung.....	32
Tabel 4.2 Sudut Refleksi $2\theta$ hasil sintesis.....	39
Tabel 4.3 Intensitas tertinggi difraktogram hasil sintesis.....	41
Tabel 4.4 Data FTIR hasil sintesis sampel zeolit pembanding dan zeolit variasi rasio $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 4, 6, 8 dan 10.....	45
Tabel 4.5 Analisis EDX hasil sintesis variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 6; 8; zeolit Pembanding.....	49

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A : Skema Kerja sintesis Zeolit Y.....	63
A.1 Tahap Metakaolinisasi.....	63
A.2 Tahap 1 (Zeolit Pembanding).....	64
A.3 Tahap 2 (Variasi $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ ).....	65
Lampiran B : Perhitungan Mol Komposisi Zeolit Y.....	66
B.1 Presentase Komposisi Bahan.....	66
B.2 Sintesis Zeolit Y pembanding.....	66
B.3 Sintesis Zeolit Y Variasi $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ .....	69
Lampiran C : Data Karakterisasi .....	72
C.1.1 Data XRF Kaolin Bangka Belitung.....	72
C.2. Data XRD.....	73
C.2.1 Data difraksi sinar-x metakaolin.....	73
C.2.2. Data difraksi sinar-x zeolit pembanding.....	73
C.2.3 Data difraksi sinar-x variasi mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 4...74	74
C.2.4 Data difraksi sinar-x variasi mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 6...74	74
C.2.5 Data difraksi sinar-x variasi mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 8...74	74
C.2.6 Data difraksi sinar- x variasi mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 1075	75
C.3. Data FTIR.....	75
C.3.1 Data FTIR Metakaolin.....	75
C.3.2 Data FTIR Zeolit Pembanding.....	76
C.3.3 Data FTIR variasi mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 4.....	76
C.3.4 Data FTIR variasi mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 6.....	77
C.3.5 Data FTIR variasi mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 8.....	77
C.3.6 Data FTIR variasi mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 10.....	78
C.4. Mikrograf SEM.....	79
C.4.1 Mikrograf SEM variasi mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 6.....	79
C.4.2 Mikrograf SEM variasi mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 8.....	80
C.4.3 Mikrograf SEM zeolit pembanding.....	81
C.5.1 Data EDX variasi mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 6.....	82
C.5.2 Data EDX variasi mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 8.....	83
C.5.3 Data EDX Zeolit Pembanding.....	84

*Karya ini kupersembahkan  
untuk orang tuaku tercinta  
Bapak Ir Dahsyat Arianto  
dan Ibu Rita Agustina M.Pd  
yang selalu mendukungku  
setiap saat*

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

Zeolit adalah mineral kristal alumina silika tetrahidrat berpori yang mempunyai struktur kerangka tiga dimensi, terbentuk oleh tetrahedral  $[\text{SiO}_4]^{4-}$  dan  $[\text{AlO}_4]^{5-}$  yang saling terhubungkan oleh atom-atom oksigen sedemikian rupa, sehingga membentuk kerangka tiga dimensi terbuka yang mengandung kanal-kanal dan rongga-rongga yang didalamnya terisi oleh ion-ion logam, umumnya adalah logam-logam alkali atau alkali tanah dan molekul air yang dapat bergerak bebas (Cheetam & Peter, 1992). Struktur zeolit terdiri atas kation silikon ( $\text{Si}^{4+}$ ) dan kation aluminium ( $\text{Al}^{3+}$ ) yang dikelilingi oleh 4 anion atom oksigen ( $\text{O}^{2-}$ ). Setiap anion oksigen terhubung dengan dua kation membentuk kerangka tiga dimensi, dengan sisi netral  $\text{SiO}_2$  dan muatan negatif  $\text{AlO}_2^-$  (Breck, 1974). Golongan alkali dan alkali tanah berperan dalam menstabilkan kerangka zeolit melalui pertukaran kation (Manadee., 2013). Zeolit telah banyak diaplikasikan di dunia industri sebagai penukar ion, adsorben, katalis dan untuk pemisahan senyawa-senyawa isomer (Flanigen dkk., 2001)

Zeolit terdiri atas zeolit alam dan zeolit sintetis. Zeolit alam merupakan zeolit yang terbentuk melalui proses kimia dan fisika akibat adanya aktivitas gunung berapi yang membeku menjadi batuan vulkanik, batuan sedimen dan batuan metamorfosa (Bogdanov dkk., 2009). Zeolit Sintetis merupakan suatu senyawa kimia yang mempunyai sifat fisik dan kimia sama dengan zeolit di alam, zeolit sintetis dibuat sedemikian rupa sehingga menyerupai zeolit alam. Zeolit sintetis dapat dibuat menggunakan tiga jenis bahan kimia yang kegunaannya sama dengan zeolit alam, yaitu karbon aktif, silika gel, dan zeolit buatan (Mahaddilla & Putra, 2013).

Zeolit Y merupakan zeolit yang termasuk dalam tipe *faujasite*. Zeolit Y tersusun dari cincin 6 ganda yang membentuk *supercages* dan cincin 12 ganda yang kemudian membentuk rongga besar dengan diameter sebesar 12 Å dan dikelilingi oleh sepuluh kerangka sodalit yang saling berhubungan membentuk hexagonal. Zeolit Y memiliki diameter rata-rata pori sebesar 7,4 – 12 Å (Xu dkk., 2007). Zeolit Y sangat cocok digunakan sebagai katalis FCC (*Fluid Catalytic Cracking*) karena memiliki atom aluminium di kerangkanya yang berperan sebagai sisi aktif.

Berdasarkan penelitian sebelumnya, dilaporkan bahwa zeolit Y umumnya disintesis menggunakan metode hidrotermal (Chen dkk., 1997). Metode hidrotermal merupakan teknik kristalisasi prekursor dalam media pelarut air di atas suhu ruang dengan tekanan tinggi (Byrappa dkk., 2001). Bahan baku yang digunakan pada sintesis zeolit adalah natrium aluminat dan ludox sebagai sumber silika dan alumina (Ginter dkk., 1992). Zeolit dengan bahan baku alam menggunakan prekursor yang memiliki kandungan Si dan Al yang cukup banyak diantaranya abu layang (Ojha, 2004), sekam padi (Fuadi dkk., 2003), lumpur (Tyas, 2016) dan kaolin.

Ginter dkk. (1992) melaporkan bahwa zeolit Y dapat disintesis dengan bahan-bahan pereaksi berupa natrium aluminat dan ludox sebagai sumber silika serta alumina dengan komposisi 4 Na<sub>2</sub>O : 10 SiO<sub>2</sub> : Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 180 H<sub>2</sub>O dengan waktu pemeraman dan hidrotermal optimum selama 24 jam pada suhu 100°C. Hasil yang diperoleh dari sintesis tersebut menunjukkan kemurnian yang cukup tinggi namun memiliki kekurangan karena terkendala biaya bahan yang relatif mahal dan tidak ekonomis. Berdasarkan hal tersebut, peneliti mulai mengembangkan metode alternatif sintesis zeolit dengan bahan alam yaitu kaolin (Chandrasekhar & Pramada,



2004). Kaolin merupakan prekursor yang sangat ekonomis karena dapat diperoleh dengan mudah di alam.

Kaolin merupakan mineral lempung yang memiliki rumus kimia  $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$  yang memiliki struktur lembaran tetrahedral  $\text{SiO}_4$  dan lembaran oktahedral dengan  $\text{Al}^{3+}$  sebagai kation oktahedral (Murray, 2000). Setiap lapisan di dalam kaolin terdiri dari satu lembaran oktahedral dan satu lembaran tetrahedral. Struktur kaolin cukup renggang dan terikat di satu arah oleh ikatan hidrogen antara gugus hidroksil dan oksigen di dalam lapisan tetrahedral silikon. Sintesis zeolit Y dengan prekursor kaolin telah dilakukan oleh Chandrasekar & Pramada (2004) dengan komposisi  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 3$ ,  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 1,1$  dan  $\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O} = 40$  yang diperam pada suhu ruang selama 24 jam dan hidrotermal pada suhu  $87^\circ\text{C}$  selama 15 jam.

Struktur kaolin terbentuk dalam keadaan stabil sehingga diperlukan beberapa modifikasi. Salah satunya adalah dengan mengubah kaolin menjadi metakaolin. Metakaolin merupakan senyawa transisi dengan kristalinitas yang rendah atau amorf. Selain itu metakaolin lebih reaktif dibandingkan dengan kaolin sehingga mudah untuk dibentuk menjadi zeolit (Kovo dkk., 2009). Metakaolin dapat diperoleh dengan kalsinasi kaolin pada suhu  $700$  hingga  $800^\circ\text{C}$  (Ambroise dkk., 1994).

Faktor yang mempengaruhi pembentukan zeolit adalah jumlah mol  $\text{Na}_2\text{O}$ . Pengaruh  $\text{Na}_2\text{O}$  dalam sintesis zeolit adalah sebagai agen *Mineralizer* untuk mempercepat kristalisasi dengan meningkatkan kemampuan melarutkan zat yang sukar larut. Kation  $\text{Na}^+$  di dalam  $\text{NaOH}$  memiliki peranan penting dalam proses zeolitisasi karena kation  $\text{Na}^+$  berfungsi untuk menstabilkan kerangka zeolit (Ojha dkk., 2004).

Alkalinitas sangat berpengaruh pada konstruksi pembentukan kerangka zeolit. Rasio  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  menunjukkan pengaruh

alkalinitas terhadap proses kristalisasi sintesis tersebut (Duan dkk., 2011). Tingkat alkalinitas yang tinggi dapat mempengaruhi pertumbuhan kristal, morfologi, bentuk, ukuran dan kristalinitas dari partikel yang telah disisipi oleh anion  $\text{OH}^-$  dari rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  (Byrappa dkk., 2001). Penelitian yang telah dilaporkan oleh Vučinić dkk. (2002) menunjukkan bahwa zeolit dapat disintesis dalam sistem  $\text{Na}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{H}_2\text{O}$  dalam gel  $[\text{Na}_a(\text{AlO}_2)_b(\text{SiO}_2)_c\cdot\text{NaOH}\cdot\text{H}_2\text{O}]$ . Penelitian tersebut menunjukkan ketika dilakukan proses hidrotermal pada suhu  $100^\circ\text{C}$ , zeolit P terbentuk pada  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 0,38-0,61$ , zeolit X dan Y pada  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 1,2-4$  dan zeolit A pada  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 0,8-3$ . Selain itu, Garcia dkk. (2015) melaporkan bahwa zeolit Y dapat diperoleh dengan rasio  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  yang kecil dengan variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  yang semakin besar.

## 1.2 Rumusan Masalah

Rasio  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  atau alkalinitas pada suatu larutan dapat mempengaruhi pembentukan zeolit Y. Pada umumnya, penurunan alkalinitas pada proses sintesis zeolit dapat memperpanjang waktu kelarutan pada silika dan alumina sehingga proses pembentukan kerangka zeolit membutuhkan waktu yang relatif lama (Qiang dkk., 2010). Oleh karena itu, untuk mempercepat pembentukan kerangka zeolit Y, perlu diteliti lebih lanjut mengenai pengaruh rasio  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  pada sintesis zeolit Y. Sintesis zeolit Y dengan komposisi rasio mol sebesar  $4 \text{ Na}_2\text{O} : \text{Al}_2\text{O}_3 : 10 \text{ SiO}_2 : 180 \text{ H}_2\text{O}$  (Ginter dkk., 1992) dan sintesis zeolit Y dengan komposisi  $10,67 \text{ Na}_2\text{O} : \text{Al}_2\text{O}_3 : 10 \text{ SiO}_2 : 180 \text{ H}_2\text{O}$  oleh *International Zeolite Association* memiliki hasil yang baik. Pada penelitian ini dilakukan variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  4, 6, 8 dan 10.

### **1.3 Batasan Penelitian**

Pada penelitian ini zeolit Y disintesis menggunakan metode hidrotermal melalui tahap metakaolinisasi. Sintesis tersebut dilakukan untuk mengetahui pengaruh rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  pada pembentukan zeolit Y dengan variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  4, 6, 8 dan 10.

### **1.4 Tujuan Penelitian**

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  pada pembentukan zeolit Y dari kaolin Bangka Belitung melalui tahap metakaolinisasi.

### **1.5 Manfaat Penelitian**

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi dalam pengembangan metode sintesis zeolit Y dari kaolin pada tahap metakaolinisasi tanpa melalui tahap *feedstock gel*

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Zeolit**

Zeolit merupakan mineral tambang dengan warna putih keabu-abuan dan telah menarik perhatian para peneliti karena memiliki beberapa keunggulan dibandingkan material lainya (Muttaqien, 2011). Zeolit merupakan kristal aluminosilikat yang tersusun atas  $TO_4$  tetrahedral ( $T = Si, Al$ ) dengan atom-atom O yang saling menghubungkan antara tetrahedral yang saling berdekatan. Kerangka  $TO_4$  dapat diperpanjang membentuk perpanjangan kerangka tiga dimensi tidak terbatas. Aturan Lowenstein menyatakan bahwa zeolit tersusun dari dua jenis tetrahedral yang dihubungkan oleh satu atom oksigen dan salah satu ditempati oleh atom aluminium atau silikon (Xu dkk., 2007). Rumus kimia dari zeolit dapat dilihat pada persamaan 2.1

$$[M_x(H_2O)_y] [Al_xSi_{(1-x)}O_t] \quad 2.1$$

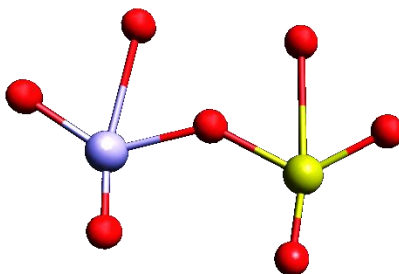
yang mana  $[ ]$  merupakan simbol kerangka tambahan, kemudian  $[ ]$  merupakan kerangka utama,  $M$  merupakan jumlah kation yang berfungsi untuk menyeimbangkan muatan,  $x$  adalah jumlah atom Al di dalam satu bagian kerangka, serta  $y$  merupakan jumlah molekul  $H_2O$  yang teradsorpsi dan  $t$  adalah jumlah atom Si/Al di dalam kerangka tetrahedral zeolit (Kulprathipanja, 2010).

Silikon yang terkandung di dalam kerangka zeolit umumnya bersifat netral dan diganti oleh aluminium bermuatan listrik, sehingga muatan listrik kristal zeolit tersebut bertambah. Muatan listrik yang terdapat di dalam kristal zeolit umumnya diimbangi oleh kation-kation logam seperti K, Na, dan Ca yang berada di dalam kerangka zeolit. Pada kristal zeolit terdapat dua jenis

molekul air, yaitu molekul air yang terikat kuat dan molekul air bebas (Smart & Moore, 1993). Zeolit memiliki beberapa manfaat diantaranya sebagai katalis, *molecular sieve* pada aplikasi fotonik, membran, penukar ion, dan lain-lain (Carrado dkk., 2003).

## 2.2 Struktur Zeolit

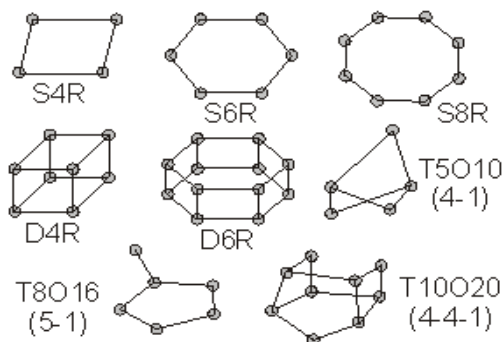
Tahap-tahap pembentukan zeolit menjadi kerangka tiga dimensi diantaranya adalah Unit Primer (*Primary Building Unit*), Unit Sekunder (*Secondary Building Unit*), Unit Tersier (*Tertiary Unit Building*). Unit bangun primer zeolit terdiri dari tetrahedral ( $\text{SiO}_4$ ), ( $\text{AlO}_4$ ) atau ( $\text{PO}_4$ ) merupakan struktur dasar dari unit pembangun kerangka zeolit. Unit Bangun Primer merupakan tahap pembentukan zeolit dengan tiap kerangka atom T berkoordinasi dengan 4 atom oksigen kemudian tiap atom oksigen menjabatani dua kerangka atom T. Struktur dasar tersebut memiliki bentuk  $\text{TO}_4$  tetrahedral (T= Si, Al) seperti pada Gambar 2.1. Rumus empirik dari zeolit aluminosilikat dapat dituliskan dengan  $\text{A}_{s/n}[\text{Si}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}_2] \cdot m\text{H}_2\text{O}$ , A merupakan logam kation dengan valensi n.



Gambar 2.1 Bentuk Unit Bangun Primer Zeolit  
(Bohacs dkk, 2017)

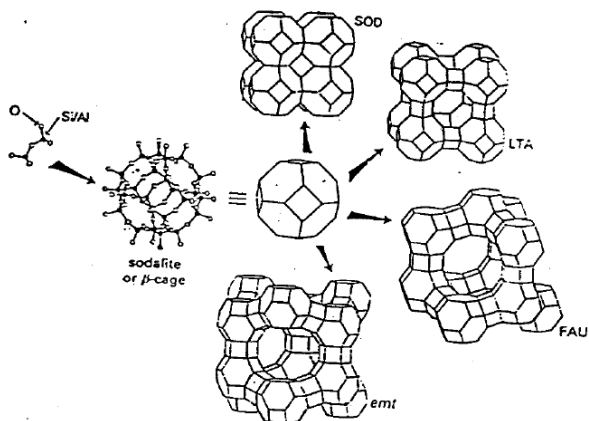
Unit bangun sekunder merupakan salah satu unit pembangun pada zeolit yang tersusun dari komponen yang tidak

terbatas membentuk rantai dan lapisan. Unit bangun sekunder terbentuk dari 16 tetrahedral yang masing-masing atomnya saling berkoordinasi (atom T) yang berasal dari kerangka pada unit bangun primer. Macam-macam bentuk dari unit bangun sekunder sesuai dengan Gambar 2.2



Gambar 2.2 Unit Bangun Sekunder Zeolit (Bohacs dkk, 2017)

Unit bangun tersier merupakan gabungan dari unit bangun sekunder yang membentuk struktur tiga dimensi kemudian gabungan tersebut akan di dapatkan struktur yang berbeda-beda. Unit bangun tersier merupakan suatu polihedral besar simetris yang tersusun dari gabungan tetrahedral tersebut dinamakan “*polihedral building block*” merupakan gabungan dari unit-unit bangun sekunder. Penggabungan rangkaian unit-unit bangun sekunder yang teratur akan membentuk kristal zeolit dalam ukuran yang cukup besar, sesuai ilustrasi pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Unit Bangun Tersier Zeolit (Carrado dkk., 2003)

## 2.3 Klasifikasi Zeolit

### 2.3.1 Zeolit Alam

Zeolit alam ditemukan dalam bentuk mineral dengan komposisi yang berbeda-beda, terutama dalam nisbah Si/Al dan jenis logam yang menjadi komponen minor. Berbagai jenis zeolit alam yang telah ditemukan dilampirkan dalam Tabel 2.1

Tabel 2.1 Jenis-jenis Zeolit Alam

No	Zeolit Alam Yang telah ditemukan	Komposisi
1	Analsim	$\text{Na}_{16}(\text{Al}_{16}\text{Si}_{32}\text{O}_{96}) \cdot 16 \text{H}_2\text{O}$
2	Kabazit	$(\text{Na}_2, \text{Ca})_6(\text{Al}_{12}\text{Si}_{24}\text{O}_{72}) \cdot 40 \text{H}_2\text{O}$
3	Klinoptilolit	$(\text{Na}_4\text{K}_4)(\text{Al}_8\text{Si}_{40}\text{O}_{96}) \cdot 24 \text{H}_2\text{O}$
4	Erionit	$(\text{Na}, \text{Ca}_5\text{K})(\text{Al}_9\text{Si}_{27}\text{O}_{72}) \cdot 27 \text{H}_2\text{O}$
5	Ferrierit	$(\text{Na}_2\text{Mg}_2)(\text{Al}_6\text{Si}_{30}\text{O}_{72}) \cdot 18 \text{H}_2\text{O}$
6	Heulandit	$\text{Ca}_4(\text{Al}_8\text{Si}_{28}\text{O}_{72}) \cdot 24 \text{H}_2\text{O}$
7	Laumonit	$\text{Ca}(\text{Al}_8\text{Si}_{16}\text{O}_{48}) \cdot 16 \text{H}_2\text{O}$

(Subagja, 1993)



Zeolit alam terbentuk melalui proses kimia dan fisika yang kompleks dari batuan-batuan yang mengalami berbagai macam perubahan di alam. Selain itu zeolit diketahui memiliki komposisi kation yang sangat bervariasi diantaranya Na, K, Ca (Bogdanov, 2009). Zeolit memiliki beberapa kelemahan akibat adanya pengotor seperti Na, K, Ca, Mg dan Fe. Pengotor-pengotor tersebut dapat mengurangi aktivitas dari zeolit sehingga kurang optimal apabila di aplikasikan dalam dunia industri (Mockovčiaková dkk., 2007).

### 2.3.2 Zeolit Sintetis

Zeolit Sintetis adalah zeolit yang dibuat secara rekayasa dengan sedemikian rupa sehingga didapatkan karakter yang lebih baik dari zeolit alam. Prinsip dasar pada produksi zeolit sintetis adalah komponennya harus memiliki silika dan alumina sehingga dapat disintesis dari berbagai jenis bahan baku yang mengandung kedua komponen diatas. Komponen minor dalam zeolit juga dapat ditambahkan dengan menggunakan senyawa murni sehingga zeolit sintetis memiliki komposisi yang tetap dengan tingkat kemurnian yang tinggi. Beberapa zeolit sintetis yang telah ditemukan dilampirkan dalam Tabel 2.2

Tabel 2.2 Jenis-jenis Zeolit Sintetis (Georgiev dkk., 2009)

No	Zeolit	Rumus Oksida
1	Zeolit A	$\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 4,5\text{H}_2\text{O}$
2	Zeolit N-A	$(\text{Na}, \text{TMA})_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4,8\text{SiO}_2 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ TMA – $(\text{CH}_3)_4\text{N}^+$
3	Zeolit H	$\text{K}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
4	Zeolit Y	$\text{Na}_{56}(\text{AlO}_2)_{56}(\text{SiO}_2)_{136} \cdot 25\text{H}_2\text{O}$
5	Zeolit X	$\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2,5\text{SiO}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
6	Zeolit P	$\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2-5\text{SiO}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

Zeolit sintetis dikembangkan berdasarkan dua fokus utama diantaranya berdasarkan bahan baku dan metode sintesis. Pengembangan dari faktor bahan baku diantaranya yaitu bahan baku sintetis dan bahan baku limbah, sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Wongkasemjit dkk. (2002) dengan penelitiannya dalam sintesis zeolit Analsim (ANA) dan Na-P1 (GIS) dari bahan baku sintetis aluminat dan silikat dengan proses *sol-gel* dan teknik microwave. Aluminat dan silikat digunakan sebagai prekursor untuk menghasilkan aluminosilikat melalui *sol-gel*. NaCl dan NaOH digunakan sebagai agen hidrolisis. Konsentrasi NaOH yang ditambahkan dapat mempengaruhi bentuk kristal, dimana kristal terbentuk pada konsentrasi NaOH yang tinggi. Luas permukaan zeolit umumnya luas sebesar 39-211 m<sup>2</sup>/g, volume pori 0,014-0,075 cm<sup>3</sup>/g dan rata-rata diameter pori 2,95-6 nm.

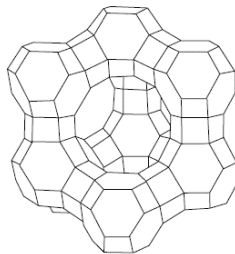
## **2.4 Zeolit Y**

### **2.4.1 Pengertian Zeolit Y**

Zeolit Y merupakan zeolit yang memiliki pori-pori yang cukup besar dengan struktur kerangka FAU tersusun dari unsur Al sebagai muatan negatif dengan kerangka tiga dimensi tetrahedral SiO<sub>4</sub> dan AlO<sub>4</sub> yang bergabung membentuk oktahedral terpancung (sodalit). Zeolit Y memiliki rasio Si/Al = 2.3, sedangkan zeolite USY (Ultra-Stable Y) memiliki rasio Si/Al = 5.6 (Carrado dkk., 2003).

Zeolit Y dapat disintesis dengan beberapa metode salah satunya adalah hidrotermal. Zeolit Y tersusun dari cincin enam ganda yang terhubung melalui kerangka sodalit membentuk *supercages* dengan rata-rata diameter pori 7.4 Å dan mempunyai ukuran *supercages* yang cukup besar  $\pm 12$  Å sesuai pada Gambar 2.4. Rumus molekul dari zeolit Y adalah Na<sub>56</sub>[Al<sub>56</sub>Si<sub>136</sub>O<sub>384</sub>].250

H<sub>2</sub>O. Sebagian zeolit disintesis dalam bentuk natrium, dengan *starting material* berupa natrium aluminat, NaOH, sol silika, natrium silikat. Zeolit Y termasuk salah satu material *molecular sieve* yang sangat berguna dan memiliki sisi aktif asam yang cukup banyak sehingga dapat digunakan sebagai katalis (Holmberg dkk., 2003).



Gambar 2.4 Struktur Kerangka Faujasite (Xu dkk., 2007)

## 2.4.2 Sintesis Zeolit Y

Prinsip dasar sintesis zeolit Y terdiri dari proses pembentukan inti, dan kristalisasi zeolit, proses tersebut dilalui dengan pencampuran sumber alumina dan silika ke dalam alkali hidroksida atau basa organik (Georgiev dkk., 2009 dan Yani dkk., 2013). Berdasarkan penelitian yang dilaporkan oleh Qiang dkk. (2010) zeolit disintesis dengan memperhatikan pengaruh kristalinitas dan rasio Si/Al. Pada penelitian tersebut sumber silikon dan alumina berasal dari kaolin yang di konversi menjadi metakaolin melalui proses kalsinasi pada suhu 720°C selama 4 jam. Faktor lain yang memengaruhi kondisi sintesis zeolit adalah pengadukan dan pemeraman (*aging*). Proses pengadukan *colloidal sol* dengan medium sodium aluminat dapat membentuk gel dan flokulasi. Dalam proses pengadukan tidak terjadi perubahan sifat secara kimia sedangkan selama proses pemeraman (*aging*)

partikel-partikel silika tersebut secara perlahan terlarut dan melepaskan anion silikat yang mengelilingi seluruh sistem larutan, spesi tersebut bereaksi dengan anion aluminat dan menghasilkan spesi aluminosilikat yang mengendap akibat kelarutan yang rendah (Ginter dkk., 1992)

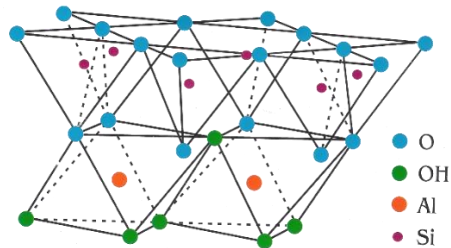
## 2.5 Kaolin

Kaolin merupakan mineral filosilikat (silikat lembaran) yang mempunyai rumus molekul  $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$  (Murray, 2000) Kaolin tersusun dari alumina dan silika yang berasal dari pelapukan mineral *feldspar* atau pelapukan batu granit. Jumlah alumina dan silika yang banyak dapat digunakan sebagai sumber dalam membuat gel zeolit (Breck, 1974). Komposisi kaolin secara empirik dapat dituliskan sebagai berikut.

$\text{SiO}_2$  46,54% :  $\text{Al}_2\text{O}_3$  39,50% :  $\text{H}_2\text{O}$  13,96%      2.2

Kerangka kaolin memiliki bentuk *pseudo-hexagonal*, berukuran seperti buku-buku, dan terdapat tumpukan *vermicular* seperti pada Gambar 2.5. Sifat fisik dan kimia dari kaolin ditentukan dari kondisi geologi dimana kaolin yang terbentuk dan total komposisi mineralogi deposit kaolin. Kaolin memiliki ukuran partikel sebesar sekitar 0,2 sampai 15  $\mu\text{m}$  dengan area spesifik 10,000-29,000  $\text{m}^2/\text{kg}$  dan ukuran 2  $\mu\text{m}$  pada kaolin komersial. (Rashad, 2013). Endapan kaolin terjadi dari hasil pelapukan dan dekomposisi batuan feldspatik (Muksin dkk., 2014).

*Feldspar* pada kaolin merupakan mineral tambang berupa batu karang yang tidak berisi. Kandungan *feldspar* terdiri atas K (potassium), Na (Sodium), dan kalsium alumino-silikat (Smith, 1974).



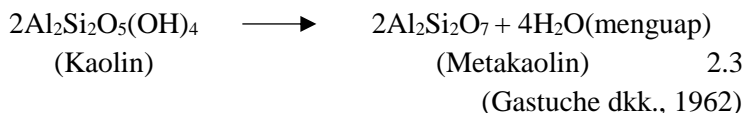
Gambar 2.5 Struktur Atom Kaolinite (Smith V. J, 1974)

Salah satu manfaat kaolin sebagai *filler* pada karet dan pelapis pada kertas pada industri kertas sebagai pengganti bubur kertas yang tidak ekonomis dalam proses produksinya. Selain itu kaolin dapat digunakan sebagai prekursor pada industri keramik dan refraktori sebagai agen penguat warna putih pada keramik yang berguna untuk pengecatan dinding dan pemasangan ubin (Prasad dkk., 1991)

### 2.5.1 Fase Transisi Metakaolin

Metakaolin merupakan *pozzolan* buatan yang diperoleh dengan cara kalsinasi material kaolin pada suhu tertentu. Sifat mekanik dan karakteristik pada material *pozzolan* dapat ditentukan dalam bentuk mortar. Metakaolin dapat diperoleh dengan kalsinasi kaolin pada suhu 700 - 800°C, pada suhu tersebut kaolin mengalami kehilangan gugus hidroksil. Apabila dilakukan pada suhu kurang dari 700°C kaolin tidak akan terurai secara sempurna dalam bentuk amorf dan mengarah ke dalam bentuk fase *mullite* (Velosa dkk., 2006). Ikatan gugus OH secara perlahan mulai terlepas dari kaolin dan berubah menjadi fase metakaolinit selama kalsinasi pada rentang suhu 450-600°C, material yang terbentuk tingkat kristalinitasnya menjadi lebih rendah (amorf). Metakaolin memiliki sifat yang lebih reaktif dibandingkan dengan kaolin

karena ketidakaturan gugus Al-O di dalam strukturnya (Badogiannis dkk., 2005). Metakaolin dengan sifat yang lebih reaktif memiliki kadar silika dan alumina yang lebih tinggi. Reaksi yang terjadi pada metakaolinisasi ditunjukkan pada persamaan reaksi berikut.

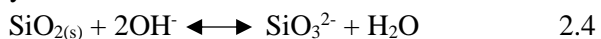


## 2.6 Pengaruh Variasi Komposisi Na<sub>2</sub>O

Komposisi Na<sub>2</sub>O-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>-H<sub>2</sub>O telah umum digunakan dalam proses sintesis zeolit. Berdasarkan komposisi tersebut alkalinitas suatu zeolit ditunjukkan dengan rasio mol H<sub>2</sub>O/Na<sub>2</sub>O atau OH<sup>-</sup>/Si. Alkalinitas yang sangat tinggi dapat mempengaruhi tingkat kelarutan pada Si dan Al, dimana penurunan derajat polimerisasi anion silikat dapat mempercepat polimerisasi anion polisilikat dan aluminat. Peningkatan alkalinitas memperpendek induksi dan periode nukleasi serta mempercepat kristalisasi zeolit. Selain itu peningkatan alkalinitas dapat menurunkan ukuran partikel dan mempersempit distribusi ukuran partikel (Johnson & Arshad, 2014).

Penelitian sebelumnya mengemukakan bahwa sintesis zeolit umumnya dilakukan dengan natrium sebagai sumber kation Na<sup>+</sup> diantaranya NaOH, NaF, NaCl, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>, kemudian ditambahkan dengan NaAlO<sub>2</sub> dan ludox sebagai sumber Si dan Al serta air terdemineralisasi yang bertindak sebagai pelarut, namun karena kemampuan air terdemineralisasi yang masih kurang dalam melarutkan campuran reaktan maka NaOH pada proses sintesis zeolit berperan sebagai salah satu pelarut universal dan penyangga air terdemineralisasi dalam melarutkan beberapa zat. *Mineralizer* merupakan suatu senyawa yang ditambahkan pada larutan encer

untuk mempercepat proses kristalisasi dengan meningkatkan kemampuan melarutkannya. Persamaan reaksi antara  $\text{SiO}_2$  dengan *mineralizernya* yaitu :



(Jumaeri, 2003)

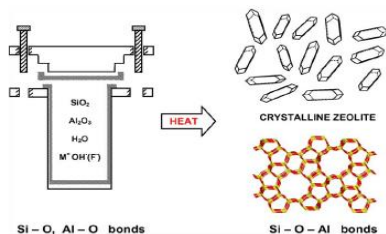
## 2.7 Hidrotermal

Metode sintesis hidrotermal pertama kali dilakukan oleh Richard Barrer dan Rabenau pada tahun 1940 dengan mengamati konversi fase mineral di dalam larutan garam kuat pada suhu yang relatif rendah dengan tekanan yang cukup tinggi (170-270°C) (Cundy & Cox, 2003). Prinsip dasar metode hidrotermal adalah metode sintesis pertumbuhan kristal dari beberapa reaksi di dalam sejumlah besar pelarut air dengan tekanan yang cukup tinggi untuk melarutkan *mineralizer* dan rekristalisasi material yang kurang terlarut (Rabenau, 2002). Metode ini umumnya dilakukan di dalam alat bernama autoclave (Laudise, 2004). Faktor yang harus diperhatikan yaitu suhu, tekanan, serta ketahanan terhadap korosi (Byrappa dkk., 2001). Sintesis hidrotermal memiliki keuntungan yang lebih banyak dibandingkan metode konvensional diantaranya:

1. Senyawa dengan keadaan oksidasi yang tidak biasa dapat disintesis seperti sintesis ferromagnetic chromium (IV).
2. Metode hidrotermal sangat baik untuk sintesis padatan pada suhu rendah dan sintesis pada senyawa metastabil
3. Dapat mengurangi biaya produksi karena dilakukan pada suhu yang rendah dengan tekanan yang cukup tinggi
4. Metode hidrotermal tidak membutuhkan waktu yang lama untuk berlangsungnya reaksi sintesis padatan dibandingkan metode konvensional.

(Rabenau, 2002)

Sintesis hidrotermal umumnya digunakan untuk mengolah bahan alam seperti *mineralizer* yang dimasukkan ke dalam pelarut air dan mengalami reaksi, kemudian kristal akan tumbuh pada suhu tertentu di dalam sistem tertutup sesuai dengan ilustrasi Gambar 2.7 menggunakan *autoclave* (Walujodjati, 2008).



Gambar 2.6 Proses Hidrotermal (Byrappa dkk., 2001)

## 2.8 Karakterisasi

### 2.8.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Difraksi sinar-X merupakan metode karakterisasi material padatan untuk mengidentifikasi jenis kristal yang didasarkan pada studi difraksinya (Ewing dan Galen, 1985).

Prinsip difraksi sinar-X yaitu metode analisis untuk menentukan fase kristal dari produk dengan reaktan-reaktan tertentu yang dilakukan secara periodik hingga dapat ditentukan struktur kristal serta dinamika struktur dari senyawa tersebut (Prasetyoko dkk., 2016). Skema kerja difraksi sinar-X yaitu sinar-X ditembakkan ke kristal sehingga mengalami pantulan (refleksi) atau difraksi pada sudut yang berbeda-beda terhadap sinar primer. Pemantulan sudut datang sinar-X berhubungan dengan jarak kisi dari kristal yang dianalisis. Pola difraksi akan diplot berdasarkan intensitas puncak yang menyatakan peta parameter kisi kristal atau indeks Miller ( $hkl$ ) sebagai fungsi  $2\theta$  sesuai dengan Gambar 2.8 (Richardson, 1989)



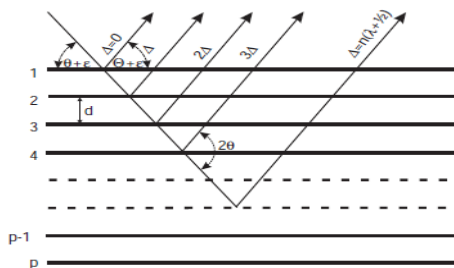
Jarak antara atom-atom di dalam kristal dapat ditentukan dengan hukum Bragg. Persamaan hukum Bragg dapat dituliskan dengan meletakkan  $d$ -spacing sebagai unsur utama dalam persamaan tersebut :

$$d = \frac{n l}{2 \sin \theta} \quad 2.5$$

Berdasarkan persamaan 2.5 apabila diturunkan menghasilkan persamaan 2.6 dengan  $n\lambda$  sebagai konstanta yang ditentukan.

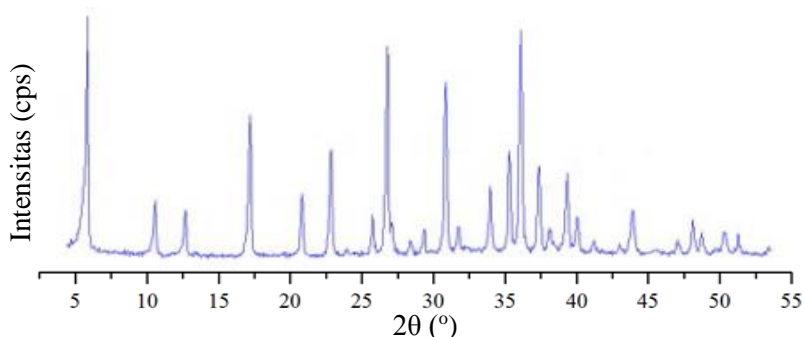
$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad 2.6$$

$\lambda$  adalah panjang gelombang sinar-X,  $d$  adalah jarak antara kisi kristal,  $\theta$  adalah sudut sinar datang, dan  $n = 1, 2, 3$  merupakan orde difraksi. Persamaan Bragg tersebut digunakan untuk menentukan parameter sel kristal.



Gambar 2.7 Sudut Difraksi Sinar-X (Richardson, 1989)

Berikut ini adalah difraktogram zeolit Y standar yang dihasilkan pada penelitian yang telah dilakukan oleh Wijayanti. (2015) sesuai dengan Gambar 2.8



Gambar 2.8 Difraktogram zeolit Y (Wijayanti, 2015)

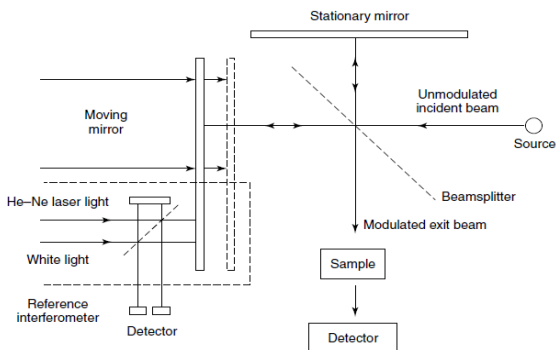
### 2.8.2 Penentuan ikatan pada sampel dengan metode *Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)*

Teknik Spektroskopi Inframerah dapat digunakan sebagai sarana identifikasi material untuk menentukan gugus fungsi yang terkandung dalam suatu senyawa dan komposisi dari suatu campuran serta membantu memberikan informasi untuk memprediksi struktur dari suatu molekul. Perkembangan teknologi mendorong para peneliti untuk mengembangkan instrumen spektroskopi inframerah lebih lanjut dengan tingkat ketelitian yang cukup akurat yaitu *FTIR* (Fourier Transform Infrared) (Stuart, 1986)

Prinsip *FTIR* adalah serapan dari senyawa dengan tingkat energi vibrasi pada ikatan kovalen akan mengalami perubahan momen dipol di dalam molekul. Atom-atom pada molekul tidak hanya diam melainkan bervibrasi (bergetar). Ikatan kimia yang menghubungkan dua atom dapat diilustrasikan sebagai bola yang dihubungkan dengan pegas. Radiasi inframerah dilewatkan melalui suatu cuplikan kemudian molekul-molekul dapat menyerap (mengabsorpsi) energi. Transisi terjadi diantara tingkat vibrasi (ground state) ke tingkat vibrasi tereksitasi (excited state). Absorpsi energi di setiap frekuensi dapat dideteksi dengan

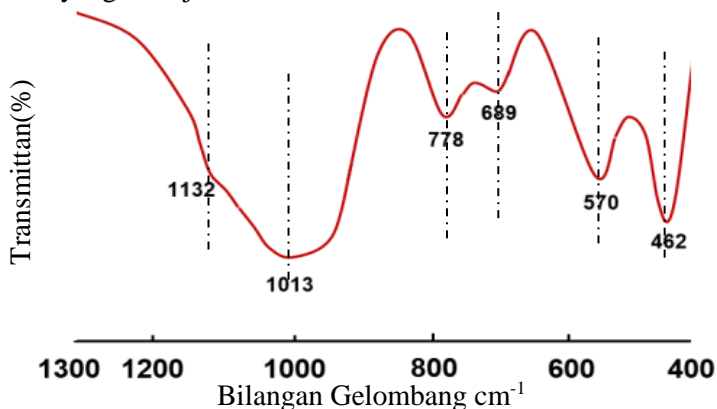
mengakumulasi jumlah radiasi infra merah yang diteruskan melalui cuplikan. (Nurdin, 1986).

Interferometer yang sering digunakan pada *FTIR* adalah *Michelson Interferometers* merupakan interferometer yang memiliki dua kaca tegak lurus terhadap salah satu cermin yang dapat memantulkan sinar searah cermin tersebut sesuai dengan Gambar 2.9



Gambar 2.9 Interferometer FTIR (Stuart, 1986)

Berikut ini adalah grafik spektra inframerah dari zeolit Y standar yang ditunjukkan oleh Gambar 2.10.



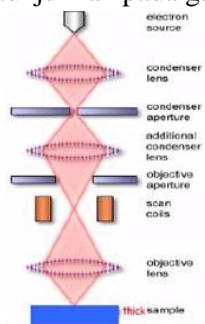
Gambar 2.10 Spektra FTIR Zeolit Y (Nguyen dkk., 2017)

Gambar 2.10 menunjukkan contoh spektra inframerah dan puncak serapan zeolit Y yang disintesis oleh Nguyen dkk. (2017) melalui aktivasi *leaching* dengan variasi konsentrasi HCl dan proses pemeraman (aging) selama 144 jam serta hidrotermal 80°C selama 24 jam. Pada spektra tersebut, terdapat puncak serapan pada 1013 dan 778  $\text{cm}^{-1}$  yang masing-masing merupakan serapan dari vibrasi ulur asimetris Al-O-Si dan vibrasi ulur simetris kerangka Al-O-Si. Puncak serapan pada 570  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi eksternal cincin ganda berupa D4R dan D6R. Pita serapan pada 462  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi tekuk simetris kerangka Al-O-Si.

### 2.8.3 Scanning Electron Microscope – Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)

Teknik karakterisasi material yang berfungsi untuk melihat detail arsitektur permukaan sel suatu padatan berupa morfologi yaitu teknik mikroskopi. *Scanning Electron Microscope* (SEM) merupakan golongan mikroskop yang menggunakan elektron sebagai pengganti cahaya (Prasetyoko dkk., 2017)

Komponen dasar penyusun SEM adalah sistem vakum, sumber berkas elektron, sistem lensa, koil scan, sistem deteksi, proses sinyal, display dan perekam. Deskripsi singkat komponen dasar penyusun SEM ditunjukkan pada gambar 2.11

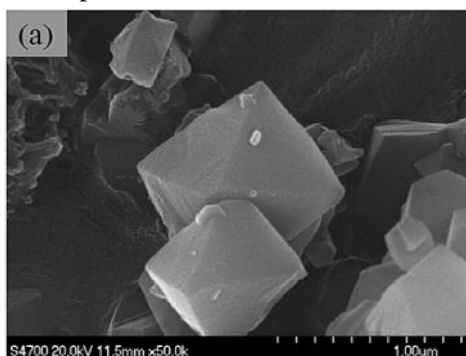


Gambar 2.11 Komponen SEM (Prasetyoko dkk.,2016)

Prinsip kerja SEM adalah berkas sinar elektron yang dihasilkan oleh katoda filamen terfokus pada obyek dengan ukuran sangat kecil dan terjadi respons balik dari sampel yang akan disinkronkan dengan berkas sinar dari tabung katoda (Smith & Oatley, 1995). Kontak antara sinar elektron dengan sampel akan menghasilkan elektron sekunder, *backscattered electron* yang dideteksi oleh detektor kemudian ditampilkan dalam monitor. Elektron yang dihamburkan oleh sampel pada sudut  $90^\circ$  disebut sebagai *backscatterd electrons* (BSE). Sumber elektron yang dihasilkan berasal dari filamen tungsten. (Mutalib dkk., 2016)

Instrumen SEM dapat dilengkapi dengan EDX (*Energy Dispersive X-Ray*) yang berfungsi untuk mendapatkan informasi secara spesifik mengenai pemetaan komposisi unsur pada sampel padatan (West, 1984). Analisis EDX pada SEM mempunyai prinsip interaksi antara material dengan radiasi elektromagnetik. Sinar X terbentuk oleh elektron terluar yang mengalami eksitasi akibat tumbukan elektron. Pada keadaan *excited state* atom berpindah ke *ground state* dan elektron Auger akan terpancar menggantikan pancaran sinar X (Shindo & Oikawa, 2002)

Contoh mikrograf SEM zeolit Y ditunjukkan oleh Gambar 2.12 yang telah dilaporkan oleh Ji dkk. (2017)



Gambar 2.12 Mikrograf zeolit Y (Ji dkk., 2017)

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Alat dan Bahan**

##### **3.1.1 Alat**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah *beaker glass*, neraca analitik CP 224S Sartorius, corong, pengaduk magnetik (*magnetic stirrer*), *hot plate stirrer*, pipet tetes, botol plastik HDPE 250 mL, kaca arloji, statif, spatula, crucible, oven, kertas saring Whatman 42 dan indikator pH universal. Instrumen yang digunakan dalam penelitian ini adalah *Muffle Furnace Thermolyne*, *Fourier Transform Infra Red (FTIR)* Shimadzu Instrument Spectrum One 8400S, *X-Ray Diffraction (XRD)* PANalytical type Xpert Pro, SEM ZEISS EVO MA 10 dan EDX BRUKER 129 EV.

##### **3.1.2 Bahan**

Beberapa bahan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya kaolin Bangka Belitung (54%  $\text{SiO}_2$ ; 36%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  wt% dianalisa menggunakan XRF), Natrium Aluminat anhidrat ( $\text{NaAlO}_2$ ) (Aldrich 13404), Ludox (Aldrich 420875-1L), Natrium Hidroksida (EMSURE 1.06498), air terdemineralisasi.

#### **3.2 Prosedur Kerja**

##### **3.2.1 Tahap Metakaolinisasi**

Metakaolinisasi kaolin Bangka Belitung diadaptasi dari prosedur yang dilakukan oleh Qiang dkk. (2010). Kaolin ditimbang di dalam neraca analitik kemudian diletakkan pada *crucible*. *Muffle Furnace Thermolyne* diatur pada suhu  $720^\circ\text{C}$ . *Crucible* diletakkan di dalam furnace hingga suhu furnace stabil pada suhu  $720^\circ\text{C}$  kemudian ditahan selama 4 jam. Produk metakaolin yang diperoleh

di timbang dalam neraca analitik kemudian dikarakterisasi dengan XRD dan FTIR untuk mengetahui perubahan yang terjadi.

### 3.2.2 Sintesis Zeolit Y

Pada penelitian ini dilakukan dua perlakuan sintesis dengan prekursor berbeda yaitu sintesis zeolit Y sebagai standar pembandingan dan sintesis zeolit Y dengan prekursor metakaolin. Perlakuan pertama dilakukan sintesis zeolit dengan prekursor dari ludox dan natrium aluminat sebagai pembandingan. Komposisi molar yang digunakan yaitu  $4 \text{ Na}_2\text{O} : 10 \text{ SiO}_2 : \text{Al}_2\text{O}_3 : 180 \text{ H}_2\text{O}$  (Ginter dkk., 1992). Sebanyak 2,14 gram NaOH dilarutkan dalam 18,37 gram air terdemineralisasi (air terdemineralisasi dibagi di dalam tiga gelas *beaker*) hingga larut di atas hotplate *stirrer*, kemudian di pindahkan ke dalam botol HDPE 250 mL. Serbuk  $\text{NaAlO}_2$  ditimbang sebanyak 1,92 gram di dalam neraca analitik kemudian ditambahkan ke dalam larutan NaOH secara perlahan diikuti dengan penambahan air terdemineralisasi agar semakin larut.

Campuran di aduk dengan pengaduk magnetik selama  $\pm 15$  menit untuk membentuk larutan homogen. 20,03 gram larutan ludox ditimbang dan dipipet secara perlahan dalam botol HDPE 250 mL. Larutan natrium aluminat yang telah terbentuk dipindahkan ke dalam ludox secara perlahan diikuti dengan penambahan air terdemineralisasi yang tersisa untuk mencegah terbentuknya flokulasi pada campuran tersebut, kemudian di aduk selama  $\pm 20$  menit hingga larut. Campuran kemudian diperam (*aging*) selama 24 jam pada suhu kamar diikuti dengan proses hidrotermal di dalam oven pada suhu  $100^\circ\text{C}$  selama 24 jam. Tahap selanjutnya yaitu gel di dalam botol HDPE didinginkan dalam *water bath*, kemudian larutan disaring untuk memisahkan residu dengan filtratnya. Residu yang diperoleh kemudian dicuci dengan air terdemineralisasi hingga pH 7. Padatan yang dihasilkan



dikeringkan di dalam oven pada suhu 105°C selama 5 jam. Filtrat yang diperoleh ditampung dalam gelas *beaker*. Padatan yang diperoleh kemudian ditimbang di dalam neraca analitik, kemudian padatan dikarakterisasi menggunakan FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) , XRD (*X-Ray Diffraction*), dan SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray*).

Sintesis selanjutnya dilakukan dengan prosedur yang sama, diadaptasi dari penelitian yang dilakukan oleh Ginter dkk. (1992). Pada tahap kedua dilakukan sintesis zeolit Y dengan prekursor metakaolin yang diperoleh dari kaolin Bangka Belitung. Variasi rasio konsentrasi Na<sub>2</sub>O untuk mengetahui pengaruh dalam pembentukan zeolit Y. Variasi rasio Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> dalam penelitian ini adalah (x) ~ 4, 6, 8, dan 10. NaOH pellet ditimbang pada masing-masing variasi dalam neraca analitik sebanyak 3,2 gram (variasi 4 molar), 4,8 gram (variasi 6 molar), 6,4 gram (variasi 8 molar), 8 gram (variasi 10 molar) kemudian dilarutkan dalam 21,97 gram (variasi 4 molar), 21,95 gram (variasi 6 molar), 21,94 gram (variasi 8 molar), 21,92 gram (variasi 10 molar) air terdemineralisasi hingga larutan menjadi homogen.

Setiap larutan homogen NaOH dipindahkan ke dalam botol HDPE 250 mL, kemudian metakaolin sebanyak 2,832 gram ditimbang di dalam neraca analitik lalu di campurkan secara perlahan ke dalam masing-masing variasi larutan NaOH. Campuran tersebut diaduk diatas hotplate *stirrer* selama  $\pm$  30 menit. Ludox sebanyak 14,487 gram disiapkan dan ditimbang di dalam botol HDPE 250 mL dengan pipet tetes secara perlahan. Campuran kaolin dan NaOH yang telah larut kemudian dipindahkan ke dalam larutan ludox secara perlahan diikuti dengan penambahan sisa air terdemineralisasi untuk mencegah terjadinya flokulasi, kemudian larutan tersebut di aduk selama  $\pm$ 30 menit.

Campuran yang diperoleh kemudian diperam (*aging*) selama 24 jam pada suhu kamar diikuti dengan proses hidrotermal selama 24 jam pada suhu 100°C. Gel yang terbentuk setelah proses hidrotermal didinginkan dalam *water bath* dan disaring untuk memisahkan residu dengan filtratnya. Padatan yang diperoleh kemudian dicuci dengan air terdemineralisasi hingga pH 7 diikuti dengan proses pengeringan pada suhu 105°C selama 6 jam. Filtrat yang diperoleh ditampung dalam gelas *beaker*. Padatan yang telah kering ditimbang dengan neraca analitik, kemudian padatan dikarakterisasi menggunakan FTIR (*Fourier Transform Infra Red*), XRD (*X-Ray Diffraction*), dan SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray*).

### **3.3 Karakterisasi Hasil Sintesis**

Karakterisasi padatan yang diperoleh dilakukan dengan FTIR (*Fourier Transform Infra Red*), XRD (*X-Ray Diffraction*), SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray*)

#### **3.3.1 XRD (*X-Ray Diffraction*)**

Padatan hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan difraktometer sinar-X dengan CuK $\alpha$  pada panjang gelombang 1,5406 Å, tegangan 40 kV, kuat arus 30 mA dan rentang sudut  $2\theta = 5-50^\circ$ . Hasil karakterisasi difraksi sinar-X digunakan untuk menentukan fase-fase yang terdapat pada padatan. Sebanyak  $\pm 1$  gram padatan hasil sintesis dihaluskan kemudian dimasukkan ke dalam *sample holder* hingga padat dan permukaannya rata. Kemudian padatan diukur difraksinya dengan radiasi CuK $\alpha$  ( $\lambda=1,5405\text{\AA}$ ) pada 40 kV dan 30 m.

### **3.3.1 *Fourier Transform-Infra Red (FTIR)***

Identifikasi gugus fungsi pada padatan dilakukan dengan spektrometer SHIMADZU FTIR 8400S. Pengukuran dilakukan dengan pembuatan pellet, dimana satu sendok spatula kecil zeolit diambil dengan perbandingan terhadap KBr 1:9, kemudian diletakkan pada mortar diikuti dengan penambahan KBr menggunakan spatula besar. Padatan kemudian digerus dan dihaluskan bersama dengan KBr, lalu dimasukkan ke dalam press holder ditekan dengan alat penekan hidrolik hingga menjadi pelet yang transparan. Pelet tersebut selanjutnya diukur dengan pada bilangan gelombang  $4000\text{-}390\text{ cm}^{-1}$ .

### **3.3.3 SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray*)**

Karakterisasi SEM digunakan untuk mengetahui morfologi hasil sintesis, sedangkan EDX untuk mengetahui komposisi unsur-unsur yang terdapat di dalam padatan. Instrumen yang digunakan adalah SEM ZEISS EVO MA 10 dan EDX BRUKER 129 EV. Preparasi sampel dilakukan dengan *coating* menggunakan Pd/Au. Sampel yang dianalisis terlebih dahulu diletakkan pada alas *carbon tape* dan dilakukan *coating* dengan Pd /Au selama 15 menit pada tekanan  $6 \times 10^{-2}$  mBar.

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis zeolit Y dari prekursor kaolin Bangka Belitung menggunakan metode hidrotermal melalui tahap metakolinisasi. Komposisi rasio molar diadaptasi dari penelitian yang dilakukan oleh Ginter dkk. (1992) dengan waktu pemeraman (*aging*) dan hidrotermal optimum selama 24 jam pada suhu 100°C. Tahap metakaolinisasi diadaptasi dari prosedur yang dilakukan oleh Qiang dkk. (2010) dengan waktu kalsinasi selama 4 jam pada suhu 720°C. Sintesis dilakukan dengan variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  ( $x$ )  $\sim$  4, 6, 8 dan 10 dibandingkan dengan zeolit pembanding. Hasil sintesis dikarakterisasi dengan XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk mengetahui struktur kristalnya, FTIR (*Fourier Transform Infrared*) untuk mengetahui ikatan yang terbentuk, dan SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray*) untuk mengetahui morfologi serta distribusi unsurnya.

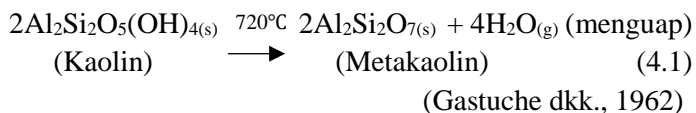
#### **4.1 Tahap Metakaolinisasi Kaolin Bangka Belitung**

Kaolin Bangka Belitung pada penelitian ini telah dikarakterisasi dengan XRF (*X-Ray Fluorescence*) untuk mengetahui kandungan Si dan Al. Hasil analisis kaolin menggunakan XRF dapat dilihat pada Tabel 4.1. Tabel 4.1 menunjukkan kandungan  $\text{SiO}_2$  sebesar 54,9% dan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  sebesar 36%. Unsur lain yang terdapat di dalam kaolin seperti  $\text{Ga}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Rb}_2\text{O}$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{CuO}$  dan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  tidak mempengaruhi kondisi sintesis karena kandungannya yang sangat sedikit.

Tabel 4.1 Komposisi Kaolin Bangka Belitung

Senyawa	Prosentase (%)
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	36
SiO <sub>2</sub>	54,9
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,88
K <sub>2</sub> O	2,88
CaO	0,58
TiO <sub>2</sub>	0,551
V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,03
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,042
MnO	0,039
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,37
NiO	0,585
CuO	0,096
ZnO	0,02
Ga <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,049
Rb <sub>2</sub> O	0,18
ReO <sub>7</sub>	0,08

Tahap metakaolinisasi kaolin Bangka Belitung diadaptasi dari prosedur yang dilakukan oleh Qiang dkk. (2010). Kaolin dikalsinasi dengan *muffle* furnace pada suhu 720°C selama 4 jam. Proses kalsinasi menyebabkan kaolin (2Al<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>5</sub>(OH)<sub>4</sub>) mengalami proses penguraian ketika pembakaran dan bertransformasi menjadi alumina amorf dan silika amorf. Reaksi tersebut ditunjukkan pada reaksi (4.1) sebagai berikut :

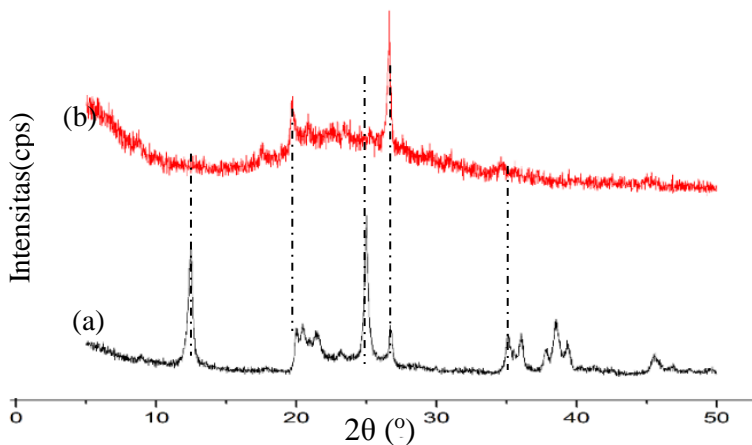


Reaksi pada persamaan (4.1) menunjukkan terjadinya proses dehidroksilasi. Spěrníček dkk. (2010) melaporkan selama proses metakaolinisasi lapisan pada kaolin mengalami kehilangan gugus hidroksil (OH) secara bertahap disertai perubahan secara spesifik. Produk metakaolin pada Gambar 4.1 memiliki bentuk padatan berwarna kekuningan dan memiliki sifat yang lebih reaktif.



Gambar 4.1 Produk Metakaolin

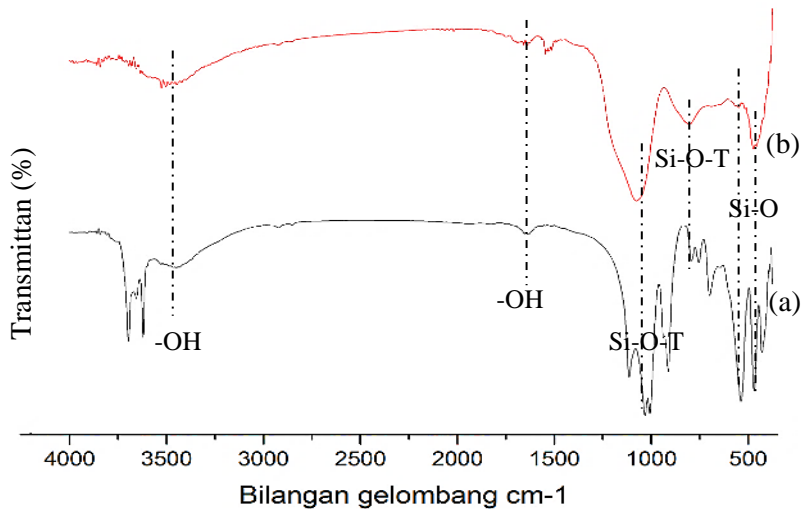
Produk metakaolin yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan XRD dan FTIR, analisis dengan XRD menghasilkan difraktogram seperti pada Gambar 4.2



Gambar 4.2 (a) Difraktogram Kaolin (b) Metakaolin

Hasil karakterisasi dengan XRD menunjukkan kaolin telah bertransformasi menjadi metakaolin dengan hilangnya beberapa puncak spesifik pada sudut tertentu diikuti dengan munculnya puncak spesifik pada sudut  $2\theta = \sim 26,64^\circ$ . Sudut  $26,64^\circ$  yang merupakan puncak spesifik dari kuarsa. Hasil tersebut sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Cheng dkk. (2012) bahwa puncak kuarsa muncul pada sudut  $2\theta = \sim 19,50; 26,59^\circ$ . Kristal kuarsa muncul akibat adanya perubahan struktur pada proses dehidroksilasi sehingga metakaolin mengalami penataan ulang dan membentuk fase mullite (Diffa dkk., 2014)

Puncak karakteristik kaolin teridentifikasi oleh FTIR pada daerah serapan bilangan gelombang 429, 468, 540, 697, 757, 789, 917, 1020, 1108, 3620, 3700  $\text{cm}^{-1}$ . Hasil karakterisasi produk metakaolin dengan FTIR dapat dilihat pada Gambar 4.3 dimana muncul puncak serapan pada daerah bilangan gelombang 3464, 1687, 1076, 802, 462  $\text{cm}^{-1}$ .



Gambar 4.3 (a) Spektra Inframerah Kaolin dan (b) Metakaolin

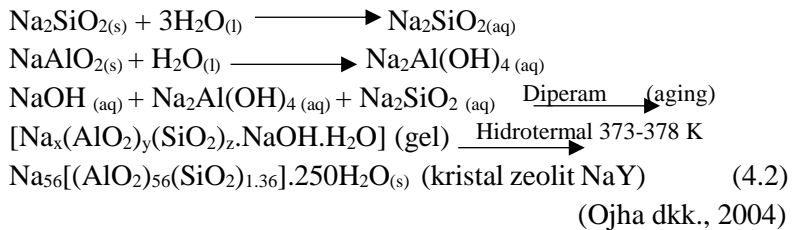


Hasil tersebut sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Rasouli dkk. (2015) dimana puncak spektra inframerah metakaolin muncul pada daerah serapan bilangan gelombang 3464 dan 1687  $\text{cm}^{-1}$  yang mengindikasikan adanya gugus hidroksil ( $\text{H}_2\text{O}$ ). Vibrasi gugus simetrik Si-O-T (T merupakan Si atau Al) terbentuk pada serapan di 1088  $\text{cm}^{-1}$ , serapan pada 810  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi Si-O-T dan vibrasi ikatan Si-O muncul pada serapan bilangan gelombang 472  $\text{cm}^{-1}$ . Berdasarkan hal tersebut dapat disimpulkan bahwa kaolin telah bertransformasi menjadi metakaolin.

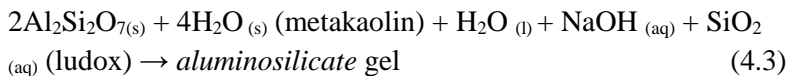
## 4.2 Sintesis Zeolit Y

Sintesis Zeolit Y dilakukan dengan metakaolin sebagai prekursor diikuti dengan variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  dibandingkan dengan hasil zeolit pembanding. Zeolit pembanding digunakan untuk membuktikan efektivitas tahap metakaolin dalam pembentukan zeolit Y dengan prekursor yang berbeda yang dibuktikan berdasarkan hasil karakterisasi FTIR, XRD dan SEM-EDX sebagai acuan terhadap hasil sintesis. Metode sintesis tersebut diadaptasi dari prosedur yang dilakukan oleh Ginter dkk. (1992) dengan pemeraman (*aging*) dan hidrotermal optimum selama 24 jam pada suhu 100°C

Sintesis zeolit diawali dengan pembuatan zeolit berbahan baku natrium aluminat dan ludox sebagai sumber silika dan alumina. Sumber alkali  $\text{Na}^+$  berasal dari natrium hidroksida dan natrium aluminat serta air terdemineralisasi sebagai sumber  $\text{H}_2\text{O}$ . Pada tahap sintesis tersebut dilakukan proses pemeraman (*aging*) yang bertujuan untuk homogenisasi dan pembentukan kristal dengan terbentuknya dua fase dimana silikat dan aluminat mulai mengelilingi kation  $\text{Na}^+$  dalam lingkungan ionik dan gel yang terbentuk menjadi lebih kaku. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut :



Tahap selanjutnya dilakukan sintesis dengan metakaolin sebagai prekursor serta memvariasikan rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  sebanyak 4, 6, 8 dan 10. Pada tahap tersebut dilakukan prosedur yang sama yaitu pemeraman (*aging*) selama 24 jam pada suhu ruang menghasilkan dua fase pada larutan sesuai dengan Gambar 4.4, dimana partikel silika secara perlahan terlarut dan melepaskan anion silikat pada campuran tersebut kemudian bereaksi dengan anion aluminat membentuk gel aluminosilikat. Reaksi yang terjadi yaitu :



Hasil pemeraman (*aging*) sintesis tersebut kemudian di hidrotermal selama 24 jam pada suhu  $100^\circ\text{C}$  untuk proses kristalisasi. Gel aluminosilikat yang terbentuk di cuci hingga pH 7 untuk menghilangkan sisa basa NaOH, kemudian residu dikeringkan pada suhu  $105^\circ\text{C}$  selama 6 jam untuk menghilangkan sisa pelarut air. Padatan yang terbentuk kemudian ditimbang lalu di karakterisasi dengan XRD (*X-Ray Diffraction*), FTIR (*Fourier Transform-Infra Red*) dan SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy Energy Dispersive X-Ray*).

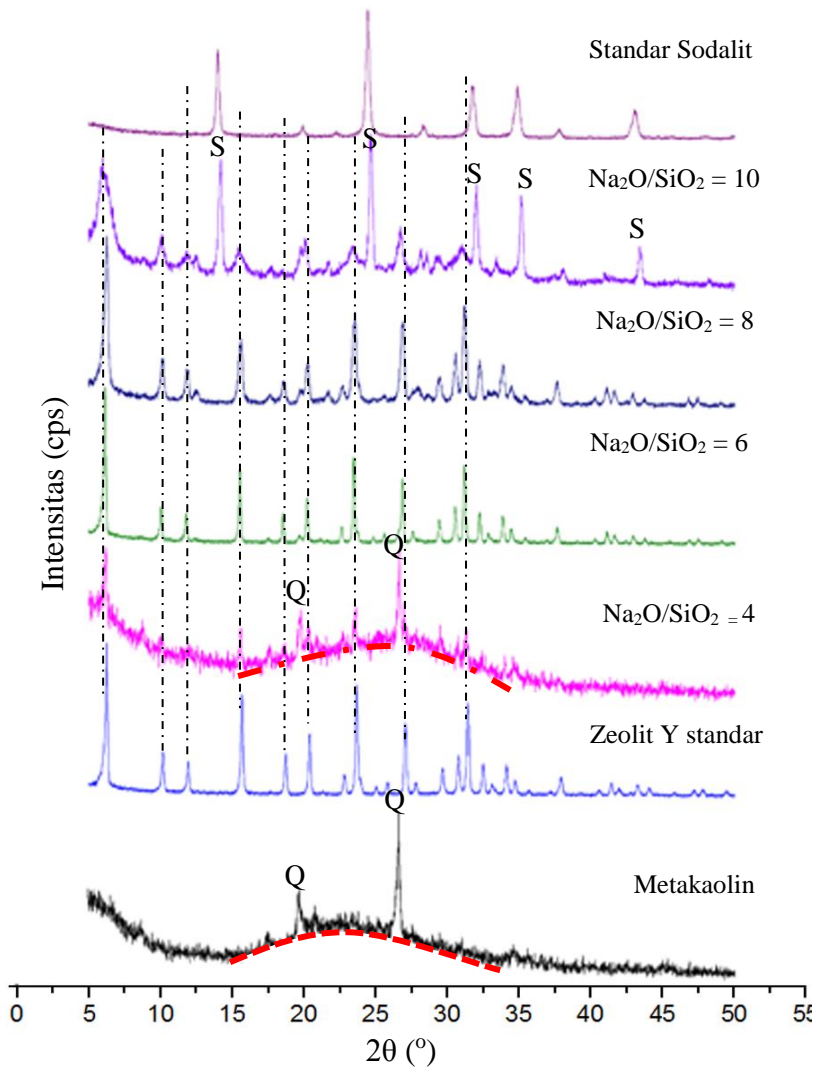


Gambar 4.4 Perlakuan sintesis

## 4.2 Karakterisasi Zeolit Y

### 4.2.1 Difraksi Sinar-X (XRD)

Karakterisasi difraksi sinar-X dilakukan untuk mengetahui fase kristal dan intensitas yang terbentuk pada hasil sintesis. Pola difraktogram diamati pada sudut  $2\theta = 5-50^\circ$  dengan panjang gelombang radiasi Cu K $\alpha$  (1,5406 Å). Difraktogram hasil sintesis disesuaikan dengan puncak yang muncul di setiap sudut referensi zeolit standar dan prekursoranya berupa metakaolin. Apabila puncak yang muncul di setiap variasi sesuai dengan sudut referensi maka terdapat kesesuaian struktur kristal antara referensi dengan hasil sintesis. Perbandingan masing-masing hasil sintesis ditunjukkan pada difraktogram Gambar 4.5.



Gambar 4.5 Difraktogram zeolit hasil sintesis dan metakaolin; sampel zeolit Y pembanding; variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  4 ;6; 8 dan 10

Tabel 4.2 Sudut Refleksi hasil sintesis

Sudut Sampel	$2\theta$		
	Zeolit Y	Kuarsa	Sodalit
Zeolit Y (Pembanding)	6,2692; 10,1910; 11,944; 15,6909; 18,7261; 23,6691; 27,0488; 31,3864	-	-
$\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ = 4	6,2013; 15,5804; 23,6212; 31,3071	19,7653; 26,6312	-
$\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ = 6	6,1591; 10,0555; 11,7984; 15,5370; 18,5225; 23,4609; 26,8292; 31,1387	-	-
$\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ = 8	6,2681; 10,1783; 11,9552; 15,6530; 23,5546; 26,9173; 31,1729	-	-
$\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ = 10	6,3285; 20,1099; 26,7167	-	14,2078; 24,6786; 31,0365; 35,1091; 43,3801

Difraktogram pada Gambar 4.5 mengindikasikan adanya puncak spesifik zeolit Y, namun terobservasi adanya puncak lain berupa fase sodalit. Difraktogram pada zeolit Y pembanding sesuai dengan standar zeolit Y yang telah dilaporkan oleh Treacy & Higgins, (2001) dimana zeolit Y tampak pada sudut  $2\theta = \sim 6,19^\circ$ ;  $11,86^\circ$ ;  $15,61^\circ$ ;  $23,58^\circ$ .

Difraktogram metakaolin sebagai *raw material* (disimbolkan dengan huruf Q sebagai kuarsa pada metakaolin) dan muncul intensitas puncak yang sangat kuat pada sudut  $2\theta = \sim 19,69; 26,69^\circ$ . Hasil tersebut sesuai dengan penelitian yang dikemukakan oleh Ilić dkk. (2010) dimana puncak khas metakaolin muncul pada sudut  $2\theta = \sim 26,22^\circ$  yang mengindikasikan kristal kuarsa. Pada sudut  $18^\circ$  hingga  $35^\circ$  terbentuk gundukan (*hump*) yang cukup besar kemudian terbentuk puncak spesifik berupa kristal kuarsa lalu gundukan (*hump*) semakin menurun. Gundukan (*hump*) yang terbentuk menandakan fase amorf pada metakaolin.

Difraktogram hasil sintesis menunjukkan bahwa sampel memiliki fase zeolit Y yang tampak pada sudut  $2\theta = \sim 6,15; 10,05; 11,79; 15,53; 18,52; 23,46; 26,82; 31,13^\circ$ . Hal tersebut sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Kovo dkk. (2009) bahwa puncak spesifik zeolit Y terbentuk pada sudut  $2\theta = \sim 6,19; 10,18; 15,67$  dan  $23,61^\circ$ . Pada penelitian ini fase zeolit Y mulai tampak pada variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 4$  ditandai dengan adanya perubahan pola difraktogram antara prekursor dengan variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 4$  dengan munculnya puncak spesifik pada sudut  $2\theta = \sim 6,20^\circ$ , namun pada variasi tersebut masih terdapat *hump* (gundukan), hal tersebut mengindikasikan bahwa variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 4$  masih terbentuk dalam fase amorf. Puncak spesifik zeolit Y muncul pada variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 4$  karena adanya pengaruh dari anion  $\text{OH}^-$  pada  $\text{Na}_2\text{O}$  yang berperan dalam pembentuk kristal zeolit Y. Intensitas fase kristal zeolit Y semakin meningkat seiring penambahan rasio mol dan terbentuk secara dominan fase zeolit Y pada variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 6$ .

Fase sodalit terbentuk pada variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 10$  (disimbolkan dengan huruf S). Difraktogram sodalit terobservasi pada sudut  $2\theta = \sim 14,20; 24,67; 31,03; 35,10; 43,38^\circ$ . Hasil tersebut sesuai dengan penelitian yang dikemukakan oleh Rabiller (2004)

dengan puncak sodalit yang terobservasi pada sudut  $2\theta = \sim 14,20; 24,43; 31,79; 34,85; 43,01^\circ$ . Berdasarkan perbandingan tersebut terjadi perubahan puncak difraksi di antara hasil sintesis dengan meningkatnya variasi rasio mol. Perbandingan tersebut mengindikasikan bahwa fase zeolit Y mulai mengalami penurunan pada variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 8$  dan terbentuk fase sodalit pada variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 10$ .

Perbandingan masing-masing intensitas di setiap variasi hasil sintesis di lampirkan pada Tabel 4.3 untuk mengetahui fase dominan yang terbentuk di setiap masing-masing hasil sintesis.

Tabel 4.3 Intensitas tertinggi yang terbentuk pada pola difraktogram dari zeolit Y dan sodalit

No	Sampel	Intensitas (cps)	
		Zeolit Y ( $2\theta = \sim 6,15$ )	Sodalit ( $2\theta = \sim 31,13$ )
1	Pembanding	2535	-
2	$\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 4$	286	-
3	$\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 6$	2838	-
4	$\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 8$	1387	-
5	$\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 10$	405	751

Pola XRD pada hasil sintesis sedikit berbeda dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh Ginter dkk. (1992) dengan intensitas fase zeolit Y tertinggi terbentuk pada variasi rasio mol 4  $\text{Na}_2\text{O}$ . Pada penelitian tersebut intensitas puncak zeolit Y tertinggi terdapat pada rasio mol mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 6$ . Puncak khas sodalit muncul pada variasi rasio mol mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 10$  dan

intensitasnya terus meningkat hingga rasio mol mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 15$ .

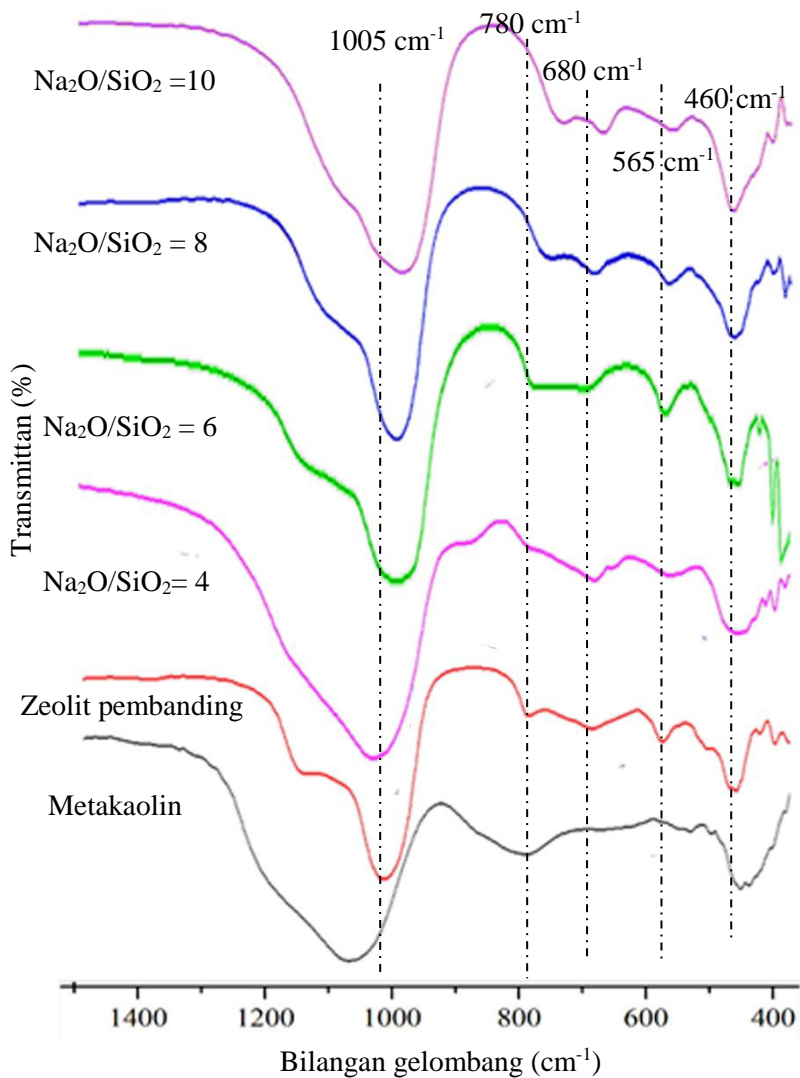
#### **4.2.2 Spektroskopi Inframerah (*Fourier Transform Infra red*)**

Karakterisasi dengan FTIR (Spektroskopi inframerah) bertujuan untuk identifikasi gugus fungsi yang terdapat pada kristal zeolit Y hasil sintesis. Karakterisasi dengan FTIR didasarkan pada penyerapan radiasi inframerah oleh suatu molekul pada energi (frekuensi) tertentu. Penyerapan energi tersebut menyebabkan inti-inti atom yang terikat secara kovalen bervibrasi, sehingga terjadi perubahan momen dipol. Gugus fungsi yang terdeteksi pada hasil sintesis dibandingkan dengan spektrum standar. Karakterisasi dilakukan pada serapan bilangan gelombang  $390 - 4000 \text{ cm}^{-1}$ .

Spektra inframerah metakaolin dibandingkan dengan kelima sampel zeolit yaitu sampel variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 4, 6, 8$  dan  $10$  dengan sampel zeolit pembanding ditunjukkan pada Gambar 4.6. Pada spektra metakaolin teridentifikasi puncak karakteristik pada daerah bilangan gelombang  $3464, 1687, 1076, 802, 692, 462 \text{ cm}^{-1}$ . Pada variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 4$  teridentifikasi puncak karakteristik kuarsa ditandai dengan puncak yang sejajar dengan puncak referensi metakaolin pada daerah bilangan gelombang  $802, 457 \text{ cm}^{-1}$ , mengindikasikan bahwa puncak spesifik kuarsa diantara kelima sampel tersebut belum habis bereaksi.

Informasi yang diberikan oleh FTIR sesuai dengan informasi yang diberikan oleh data XRD karena masih terdapat puncak karakteristik metakaolin pada hasil sintesis. Berdasarkan hal tersebut informasi yang diberikan oleh FTIR telah menguatkan informasi yang diberikan oleh XRD bahwa metakaolin telah bereaksi dalam membentuk zeolit Y dengan massa yang tidak terlarut teridentifikasi dalam jumlah yang sangat sedikit.





Gambar 4.6 Spektra inframerah metakaolin dan sampel zeolit Y pembanding serta variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  4, 6, 8 dan 10

Spektra inframerah hasil sintesis yang ditunjukkan oleh Gambar 4.6 dan Tabel 4.4 mengindikasikan adanya puncak spesifik dari zeolit Y. Spektra inframerah pada zeolit pembanding memiliki puncak serapan yang muncul pada daerah bilangan gelombang 397, 457, 572, 682, 785 dan 1012  $\text{cm}^{-1}$ . Hasil tersebut sesuai dengan penelitian yang dilaporkan oleh Holmberg dkk. (2003) pada daerah bilangan gelombang 460, 565, 685, 780 dan 1010  $\text{cm}^{-1}$  sehingga dapat digunakan sebagai acuan hasil sintesis. Puncak serapan spesifik zeolit Y dari hasil sintesis ditunjukkan pada daerah bilangan gelombang 397, 457, 565, 686, 780, 990  $\text{cm}^{-1}$ . Puncak serapan pada daerah bilangan gelombang 390-399  $\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi pembukaan pori-pori, puncak serapan pada daerah bilangan gelombang 450-460  $\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi tekuk dari  $\text{T-O}_4$  ( $\text{T} = \text{Si}, \text{Al}$ ), sedangkan puncak pada serapan daerah bilangan gelombang 565-572  $\text{cm}^{-1}$  adalah vibrasi eksternal dari cincin ganda D4R dan D6R, kemudian daerah pada bilangan gelombang 682-820  $\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi internal dan eksternal simetris dari ikatan O-T-O dan 990-1010  $\text{cm}^{-1}$  adalah vibrasi ulur asimetris ikatan T-O-T (Asadollahi dkk., 2010).

Pada spektra sampel zeolit variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 6, 8$  memiliki puncak yang sejajar dengan standar zeolit Y. Hal ini mengindikasikan pada sampel variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 6, 8$  berhasil dalam pembentukan zeolit Y dengan metakaolin sebagai prekursor. Informasi tersebut sesuai dengan data XRD yang menunjukkan adanya puncak karakteristik zeolit Y. Pergeseran puncak serapan yang terbentuk pada variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 8$  mengindikasikan bahwa terjadi penurunan fase zeolit Y dan terbentuk fase lain dalam jumlah yang sangat sedikit. Berdasarkan analisis dengan spektroskopi inframerah diketahui bahwa metakaolin telah bereaksi dan pada variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 6$  dan 8 puncak serapan yang terbentuk menyerupai fase zeolit Y.

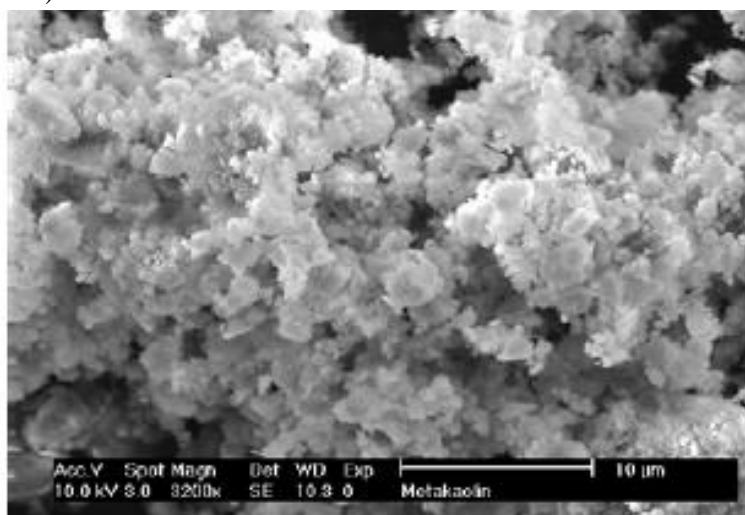
Tabel 4.4 Data FTIR hasil sintesis bilangan gelombang sampel zeolit pembanding dan zeolit variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  4, 6, 8 dan 10

Jenis Vibrasi	Bilangan Gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )					
	Na-Y Standar	4 $\text{Na}_2\text{O}$ (Pembandingan)	4 $\text{Na}_2\text{O}$	6 $\text{Na}_2\text{O}$	8 $\text{Na}_2\text{O}$	10 $\text{Na}_2\text{O}$
Vibrasi pembukaan pori-pori (390-399 $\text{cm}^{-1}$ )	397	397	397	397	399	399
Vibrasi Tekuk T- $\text{O}_4$ (T = Si, Al) (420-500 $\text{cm}^{-1}$ )	460	457	455	455	459	461
Vibrasi eksternal cincin ganda D4R dan D6R (500-600 $\text{cm}^{-1}$ )	565	572	561	565	563	-
Vibrasi Simetris dan asimetris O-T-O (650-820 $\text{cm}^{-1}$ )	680, 780	682, 785	682	686, 780	678, 747	-
Vibrasi Asimetris T-O-T (950-1250 $\text{cm}^{-1}$ )	1005	1012	1025	990	991	-

#### 4.2.3 Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)

Pengamatan menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dilakukan untuk mengetahui bentuk morfologi struktur dan ukuran partikel sedangkan EDX (*Energy Dispersive X-Ray*) digunakan untuk mengetahui distribusi unsur yang terkandung di dalam sampel. Pada penelitian ini sampel yang dikarakterisasi adalah variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  6 dan 8 serta mikrograf zeolit pembeding

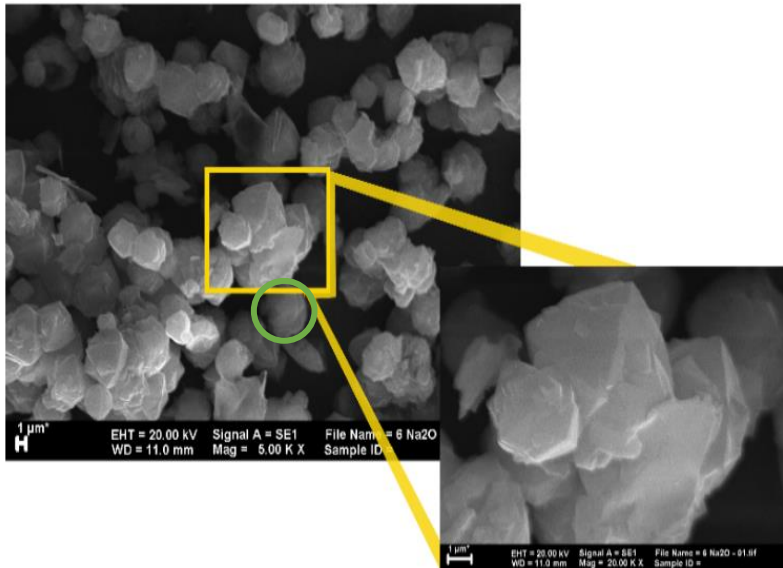
Morfologi metakaolin yang telah di ubah dari kaolin Bangka Belitung ditampilkan pada Gambar 4.7 sebagai *raw material*. Berdasarkan penelitian oleh Abadlia dkk. (2010), metakaolin memiliki morfologi yang tidak beraturan. Hal tersebut mengindikasikan bahwa morfologi kaolin Bangka Belitung berupa lembaran atau lempengan hexagonal telah habis dan bertransformasi menjadi fase metakaolin (Gougazeh & Buhl, 2014).



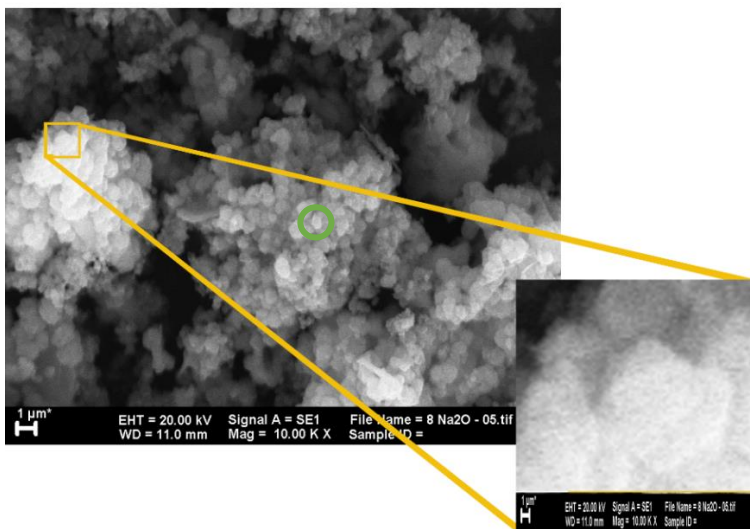
Gambar 4.7 Mikrograf SEM Metakaolin (Abadlia dkk., 2010)

Morfologi sampel zeolit pembanding, rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 6$  dan 8 ditunjukkan pada Gambar 4.8 (a-c) zeolit hasil reaksi memiliki bentuk menyerupai oktahedral yang cukup seragam dengan ujung yang lancip. Variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 8$  menunjukkan distribusi partikel yang tidak terlalu seragam, hal tersebut disebabkan pada Variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 8$  terjadi penurunan fase zeolit Y. Hasil tersebut sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Ji dkk. (2017) bahwa morfologi zeolit Y memiliki bentuk oktahedral. Pengamatan tersebut memperkuat informasi yang dilaporkan oleh data XRD di mana terdapat puncak khas zeolit Y pada  $2\theta = \sim 6,26; 11,94; 15,69; 18,72; 23,66; 27,04; 31,38^\circ$ . Agregat selain partikel zeolit Y teridentifikasi pada masing-masing variasi tersebut. Agregat tersebut ialah fase sodalit (lingkaran hijau). Bentuk tersebut serupa dengan hidroksi sodalit yang disintesis oleh Musyoka dkk. (2011) dengan bentuk potongan oktahedral yang menyerupai bola segienam dan tersusun dari 4 cincin dan 6 cincin dalam susunan yang berbeda dengan kerangka  $\beta$  cages. Pengamatan tersebut memperkuat informasi yang ditunjukkan oleh data XRD di mana terdapat puncak khas sodalit pada  $2\theta = \sim 14,20; 24,67; 31,03; 35,10^\circ$ .

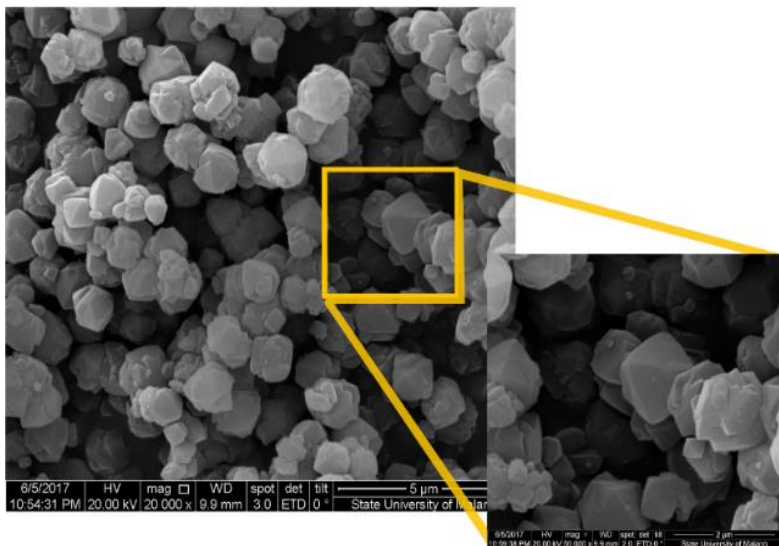
Berdasarkan difraktogram pada Gambar 4.6 terlihat bahwa sampel variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 6$  dan 8 memiliki lebar puncak difraksi yang semakin kecil. Hal ini mengindikasikan bahwa ukuran kristal masing-masing variasi yang terbentuk semakin besar (Prasetyoko dkk., 2016). Berdasarkan hal tersebut mikroskop SEM hasil sintesis telah memperkuat data spektroskopi inframerah dan difraksi sinar-x bahwa fase zeolit Y telah terbentuk dari prekursor metakaolin.



Gambar 4.8 (a) Mikrograf sampel Zeolit Y variasi  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  6



Gambar 4.8 (b) Mikrograf SEM zeolit Y variasi  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  8



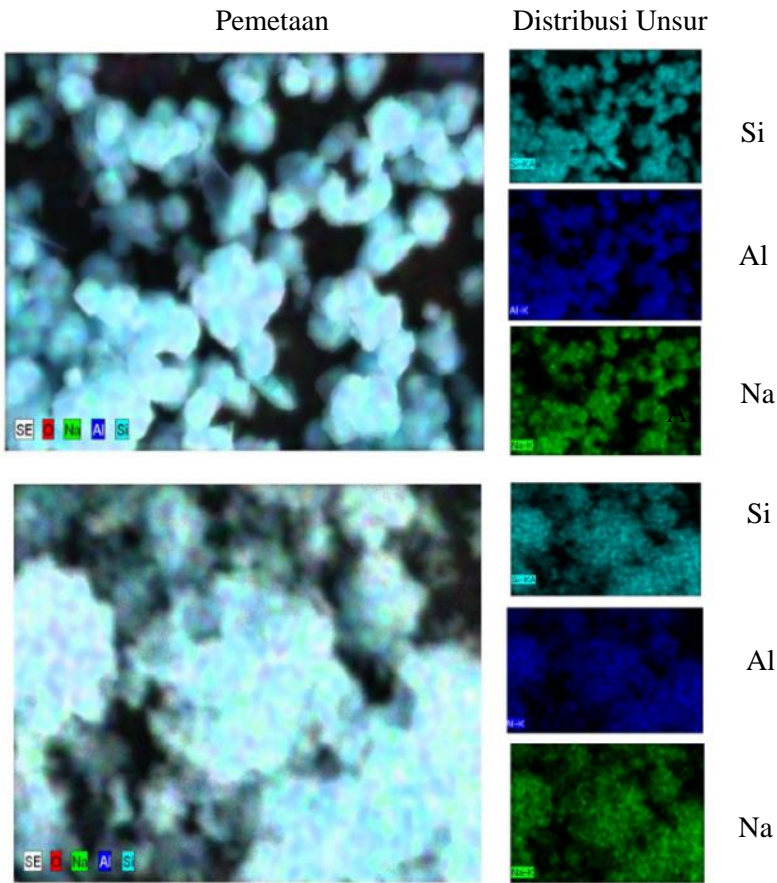
Gambar 4.8 (c) Mikrograf SEM sampel zeolit pembanding

Analisis EDX digunakan untuk mengetahui distribusi dan komposisi unsur yang terdapat pada sampel zeolit Pembanding, variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  6 dan 8. Dari hasil EDX diketahui bahwa ketiga sampel tersebut mengandung Si, O, Al, dan Na. Data prosentase perhitungan atom Si dan Al pada Tabel 4.5 diperoleh rata-rata rasio mol  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  ketiga sampel sebesar 3,02

Tabel 4.5 Hasil Analisis EDX sampel

Sampel	Distribusi Unsur(% Atom)				Rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$
	Si	Al	Na	O	
Zeolit Y (Pembanding)	10.97	5.49	6.8	41.59	3,92
$\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 6$	10.99	7.89	8.46	72.65	2,78
$\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 8$	10.26	8.69	9	72.05	2,36

Distribusi unsur hasil sintesis ketiga variasi tersebut dapat dilihat pada Gambar 4.9 menunjukkan bahwa unsur Si dan Al terdistribusi pada sampel hasil sintesis. Sampel zeolit Y pembandingan dan variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 6$  dan 8 memiliki distribusi Si dan Al yang sama dengan rasio  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  yang berbeda karena perbedaan bahan-bahan yang digunakan untuk sintesis.



Gambar 4.9 Analisis Distribusi Unsur Sampel pada EDX



## **BAB V**

### **KESIMPULAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan pada variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  4, 6, 8 dan 10 dibandingkan dengan sampel pembanding didapatkan bahwa variasi rasio mol di setiap hasil sintesis mempengaruhi pembentukan fase zeolit Y. Hasil karakterisasi difraksi sinar-x dan spektroskopi inframerah menunjukkan bahwa fase zeolit Y mulai tampak pada variasi  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 4$  dan terbentuk secara dominan pada variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 6$ . Penurunan intensitas fase zeolit Y tampak pada variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 8$  dan terbentuk fase sodalit pada variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  10. Berdasarkan data SEM pada sampel variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 6$  dan 8 dengan mikrograf pembanding menunjukkan morfologi partikel menyerupai bentuk oktahedral serta hasil analisis EDX menunjukkan sampel variasi variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 6$  dan 8 dengan mikrograf pembanding memiliki perbedaan rasio  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  sebesar 2,36; 2,78 dan 3,92 dengan distribusi unsur Na, Si dan Al yang sama.

#### **5.2 Saran**

Saran yang diajukan dalam penelitian ini diantaranya perlu dilakukan studi lebih lanjut mengenai pengaruh penambahan mol  $\text{Na}_2\text{O}$  karena adanya pengaruh perubahan fase kristal ketika penambahan meningkat, serta perlu dilakukan identifikasi faktor-faktor yang memengaruhi pembentukan kristal zeolit diantaranya adalah pengaruh waktu hidortermal, pemeraman (*aging*) dan suhu hidrotermal.

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

## DAFTAR PUSTAKA

- Abadlia., M. T., Messaoudene, I., Karim, B., Mansour, M. B. (2010). Improvement of rheological behaviour of cement pastes by incorporating metakaolin. *European Journal of Scientific Research* , 428-438.
- Ambroise, J., Maximilien, S., Pera, J. (1994). Properties of Metakaolin Blended Cements. *Advanced Chemistry Based Materials*. 161-168.
- Asadollahi, M., Dariush, B., Hossein, K. (2010). Permeation of single gases through TEG liquid membranes modified by Na-Y nano zeolite particles. *Separation and Purification Technology*, 120-125.
- Badogiannis, E., Kakali, G., Tsivilis, S. (2005). Metakaolin as supplementary cementitious material : Optimazation of kaolin to metakaolin conversion. *Thermal Analysis and Calorimetry*, 81, 457-462.
- Bogdanov, B., Georgiev, D., Angelova, K., Hristov, Y. (2009). Synthetic Zeolites and Their Industrial Enviromental Applications Review. *International Science Conference*, 4, 1-5
- Bohacs, K., Faitli, J., Bokanyi, L., Mucsi, G. (2017). Control Natural Zeolite Properties by Mechanical Activation in Stirred Media Mill. *Journal of Archieves of Metallurgy and Material* 62, 1399-1406

- Breck, D. W. (1974). *Zeolites ; Molecular Sieves first edition* (Vol. 1). New York: John&Wiley Sons Inc.
- Byrappa, K., Yoshimura, M. (2001). *Handbook of Hydrothermal Technology : Technology for Crystal Growth and Materials Processing*. New Jersey, USA: William Andrew Publishing, LLC.
- Carrado, K. A., Dutta, P. K., Auerbach, S. M. (2003). *Handbook of Zeolite Science And Technology*. New York: Marcel Dekker, Inc.
- Chandrasekhar, S., Pramada, P. N. (2004). Kaolin-Based Zeolite Y a precursor for cordierite ceramics. *Applied Clay Science*, 27, 187-189.
- Cheetham, A. K., Peter, D. (1992). *Solid State Chemistry Compounds* (Vol. 2). New York : Oxford Science.
- Chen, X., Huang, L., Li, Q. (1997). Hydrothermal Transformation and Characterization of Porous Silica templated by surfactants. *Physic Chemistry*, 18-20.
- Cheng, A., Weng, T. L., Lin, W. T. (2013). Effect of the metakaolin on strength and efflorescence quantity of cement based composites. *Scientific World Journal Vol 2013*, 1-11.
- Cundy, C. S., Cox, P. (2003). The Hydrothermal Synthesis of Zeolites : History and Development from earliest days to the present time. *Chemical Reviews (ACS Publications)*, 103, 663-701.

- Diffo, K. B. B., Elimbi, A., Cyr, M., Manga, J. D., Kouamo H. T. (2014). Effect of the rate of calcination of kaolin on the properties of metakaolin based geopolymers. *Asian Ceramic Societies*, 1-9.
- Duan, A., Wan, G., Zhang, Y., Zhao, Z., Jiang, G., Liu, J. (2011). Optimal synthesis of micro/mesoporous beta zeolite from kaolin clay and catalytic performance for hydrodesulfurization of diesel. *Catalysis Today*, 485-493.
- Ewing dan Galen, W. 1985. “*Instrumental Methodes of Chemicals Analysis 5th Edition*”. New York: McGraw-Hill Book Company.
- Flanigen, E. M., Jansen, J. C., Bekkum, V. H. (2001). *Introduction to Zeolite Science and Practice* (2 ed.). Amsterdam: Elsveier Science.
- Fuadi, A. M., Musthofa, M., Harismah, K., Haryanto, H. N. (2003). Pembuatan Zeolit Sintetis Dari Abu Sekam Padi. *Symposium Nasional RAPI*, 50-60.
- Garcia, G., Edgar, C., Cabrebra., Jonas, H., Mouzon, J. (2015). Synthesis of Zeolite Y from diatomite as silica source. *Microporous and Mesoporous Materials*, 1-38.
- Gastuchè, C. M., Toussant, F., Fripiat, J. J. (1962). Study of intermediate stages in the kaolin to metakaolin transformation. *Laboratoire des Collöides (INEAC) et de chimie Minerale Université de Louvain*, 227-235.

- Georgiev, D., Bogdanov, D., Angelova, K., Markovska, I. (2009). Synthetic Zeolites-Structure, Classification, Current Trends in Zeolite Synthesis. *International Science Conference*, 40, 1-6.
- Ginter, D. M., Bell, A. T., Radke, C. J. (1992). The effects of gel aging on the synthesis of NaY zeolite from colloidal silica. *Clay*, 1-8.
- Gougazeh., M., Buhl, J.-Ch. (2014). Synthesis and Characterization of Zeolite A by hydrothermal transformation of natural Jordanian Kaolin. *Journal of the Association of Arab Universities for Basic and Applied Sciences*, 35-42.
- Holmberg, B. A., Wang, H., Norbeck, J. M., Yan, Y. (2003). Controlling size and yield of zeolite Y nanocrystals using tetramethylammonium bromide. *Microporous and Mesoporous Materials*. 59, 13-28.
- Ilić, B. R., Mitrovic, A. A., Miličić, L. A. (2010). Thermal treatment of kaolin clay to obtain metakaolin. *Institute of Testing of Materials*, 351-356.
- Ji, D., Liu, H., Wang, X., Liu, H., Gou, X., Xu, C., Wei, S. (2017). Mesostructured Y zeolite from NaY with low Si/ Al by one step method based on bifunctional surfactant. *Materials Chemistry and Physics*, 196, 284-287.

- Johnson, E. B. G., Arshad, S. E. (2014). Hydrothermally synthesized zeolites based on kaolinite : A review. *Applied Clay Science*, 215-221.
- Jumaeri, A.W., Lestari, W. T. P. (2003). Preparasi dan karakterisasi Zeolit dari Abu Layang Batubara secara Alkali Hidrotermal. *Reaktor*, 11, 38-44.
- Keka, O., Narayan, C. P. (2004). Zeolite from fly ash : Synthesis and Characterization. *Matter Science*, 555-564.
- Kovo, A. S., Hernandez, O., Holmes, S. M. (2009). Synthesis and Characterization of zeolite Y and ZSM-5 from Nigerian Ahoko Kaolin Using A Novel Lower Temperature Metakaolinitization Technique. *Journal Material Chemistry*, 6207-6212.
- Kulprathipanja, S. (2010). Zeolites in Industrial Separation and Catalysis. *General Industry Chemistry*, 220-260.
- Laudise, A. R (2004). Hydrothermal Synthesis of Crystal Processing. Collection. *Crystal Growth*, 185-191.
- Mahaddilla, F. M., Putra, A. (2013). Pemanfaatan Batu Apung sebagai sumber silika dalam pembuatan zeolit sintetis. *Jurnal Fisika Bumi Universitas Andalas Vol 2*, 262-268.
- Manadee, S. (2013). Characterization of zeolite NaX loaded with Na and K as catalyst for transesterification of Jatropha Seed Oil. *Applied Physics*, 1, 1-134.

- Mockovčiaková, A., Matik, M., Orolinová, Z., Hudec, P., Kmeková, E. (2007). Strucutural Characteristic of modified natural zeolit. *Porous Matter* 15, 559-564.
- Murray, H. (2000). Traditional and New Applications For Kaolin, Smectit and Polygorskit. *Applied Clay Science*, 17, 207-221.
- Muksin, I., Karangan, C., Setiawan, W., Novalia, A. L. (2014). Prospeksi Zirkon, Pasir Kuarsa dan Kaolin di Kabupaten Bangka Tengah, Provinsi Kepulauan Bangka Belitung. *Pusat Sumber Daya Geologi divisi Penyelidikan Mineral : Kementrian ESDM*.
- Musyoka, M. N., Felicia, L., Ballfour, G., Hums, E. (2011). Synthesis of hydroxy sodalite from coal fly ash using waste industrial brine solution. *Journal of Enviromental Science and Health*, 1699-1707.
- Mutalib, M. A., Rahman, M. A., Othman, M. H. D., Ismail, A. F., Jafaar, J. (2016). Scanning Electron Microscopy (SEM) dan Energy Dispersive X-Ray (EDX) Spectroscopy. *Membrane Characterization*. 161-179. Johor Baru: Research Gate.
- Muttaqien, A. (2011). Pengaruh fisisorpsi zeolit alam teraktivasi pada pembuatan biodiesel dari minyak jelantah. *Physics*, 3, 48-50.
- Nguyen, H. D., Ta, D. N., Ta, H. N (2017). Effect of Synthetic Conditions on Structure of Nanocrystals Zeolite Y from



- Vietnamese Kaolin. *Journal of Applicable Chemistry*, 50-68.
- Nurdin, D. (1986). *Elusidasi Struktur Senyawa Organik*. Bandung : Angkasa.
- Prasad, M. S., Reid, K. J., Murray, H. (1991). Kaolin : Processing, properties and applications. *Applied Clay Science*, 6, 87-119.
- Prasetyoko, D., Fansuri, H., Nikmah, Y. L., Fadlan, A. (2016). *Karakterisasi Struktur Padatan*. Kaliurang, Yogyakarta: Budi Utama.
- Qiang, L., Ying, Z., Zhijun, C., Wei, G. (2010). Influence of synthesis parameters on the crystallinity and Si/Al ratio of NaY zeolite synthesized from kaolin. *Microstructure*, 4, 403-409.
- Rabenau, A. (2002). The Role of Hydrothermal Synthesis in Preparative Chemistry. *Advanced Matter*, 1-15.
- Rabiller, H., Bart, F., Dussossoy, J. L., Perouty, P., Rigaud, D., Gori, V., Mazzocchia, C., Martini, F. (2004). Synthesis of Sodalite by Hydrothermal Method and Characterizations. *P.zza L. da Vinci*, 32, 24-28.
- Rashad, A.M., (2013). Metakaolin as cementitious material : History, scours, production and composition A comprehensive review. *Construction and Building Materials* 4, 303-318.

- Rasouli, H. R., Golestani-fard, F., Mirhabibi, A. R., Nasab, G. M., Mackenzie, K. J. D., Shahraki, M. H. (2015). Fabrication and properties of microporous metakaolin based geopolymer bodies with polylactic acid (PLA) fibers as a pore generators. *Ceramics International*, 7872-7880.
- Shindo, D., Oikawa, T. (2002). *Analytical Electron Microscopy for Materials Science*. Sendai, Japan: Springer.
- Smith, K. C. A., Oatley, C. W. (1995). The scanning electron microscope and field application. *Applied Physics*, 1-10.
- Smith, V. J. (1974). *Feldspar Minerals : Chemical Textural Properties*. New York: Springer-Verlag Berlin Heidelberg.
- Spěrníček, S., Raiteri, P., Mark, N., Wright, K. (2010). Dehydroxylation of kaolinite to metakaolin-a molecular dynamics. *Journal of Material Chemistry*, 2118-2125.
- Stuart, B. (1986). *Infrared Spectroscopy : Fundamental and Applications*. New York: John & Wiley Sons Inc.
- Subagja. (1993). Pemanfaatan Zeolit Alam untuk Adsorpsi Benzopiren sebagai Senyawa Racun dalam Asap Cair. *Majalah Iptek*, 11, 1-5.
- Treacy, M. M. J., Higgins, J. B. (2001). *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites*. Oxford : John & Wiley Sons Inc.

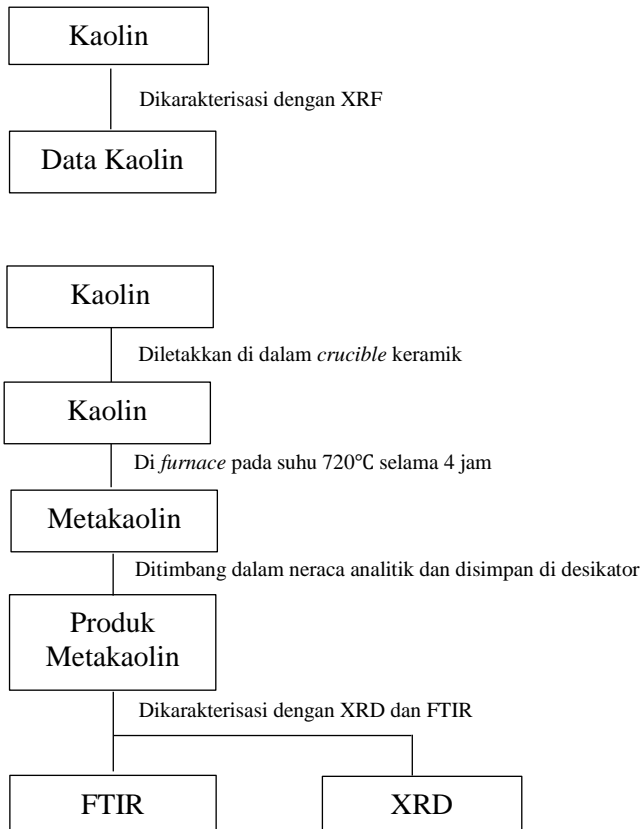
- Tyas, Udi. (2016). Sintesis dan Karakterisasi Zeolit NaY dari Lumpur Lapindo dengan variasi suhu hidrotermal menggunakan metode sol gel. *Sains dan Teknologi Kimia*, 1-116.
- Velosa, A. L., Rocha, F., Veiga, R. (2006). Influence of chemical and mineralogical composition of metakaolin on mortar characteristics. *Acta Geodyn Geomater*, 6; 1, 121-126.
- Vučinić, D., Miljanović, I., Rosić, A., Lazić, P. (2002). Effect of  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  mole ratio on the crystal type of zeolite synthesized from coal fly ash. *Journal of the Serbian Chemical Society*, 68(6), 471-478
- Walujodjati. (2008). Sintesis Hidrotermal dari Serbuk Oksida Keramik. *Material*, 4, 1-15.
- West, A. (1984). *Solid State Chemistry and Its Application*. New York: John Wiley & Sons Inc.
- Wongkasemjit, S., Sathupunya, M., Gulari. (2002). ANA and GIS synthesis directly from alumatrane and silatrane by sol-gel process and microwave technique. *European Ceramic Society*, 5, 2305-2314.
- Xu, R., Yu, J., Huo, Q., Chen, J. J., Pang, W. (2007). *Chemistry and Molecular Sieves : Zeolites and Related Porous Materials*. New York : John & Wiley Sons Inc.

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

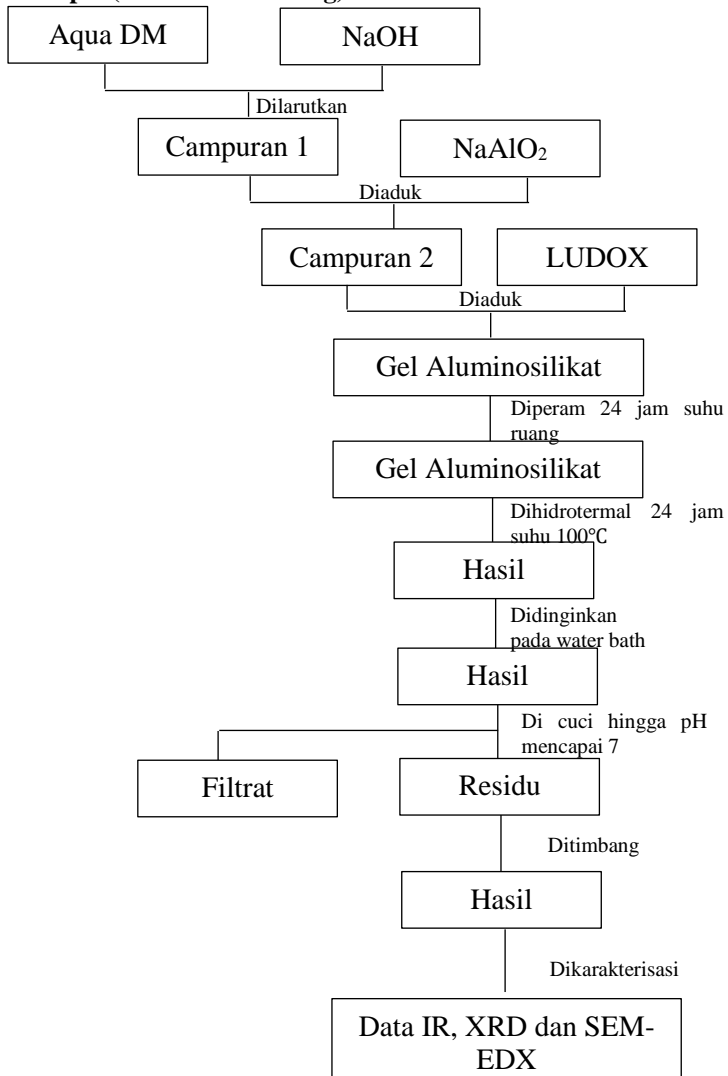
## DAFTAR LAMPIRAN

### Lampiran A : Skema Kerja Sintesis Zeolit Y

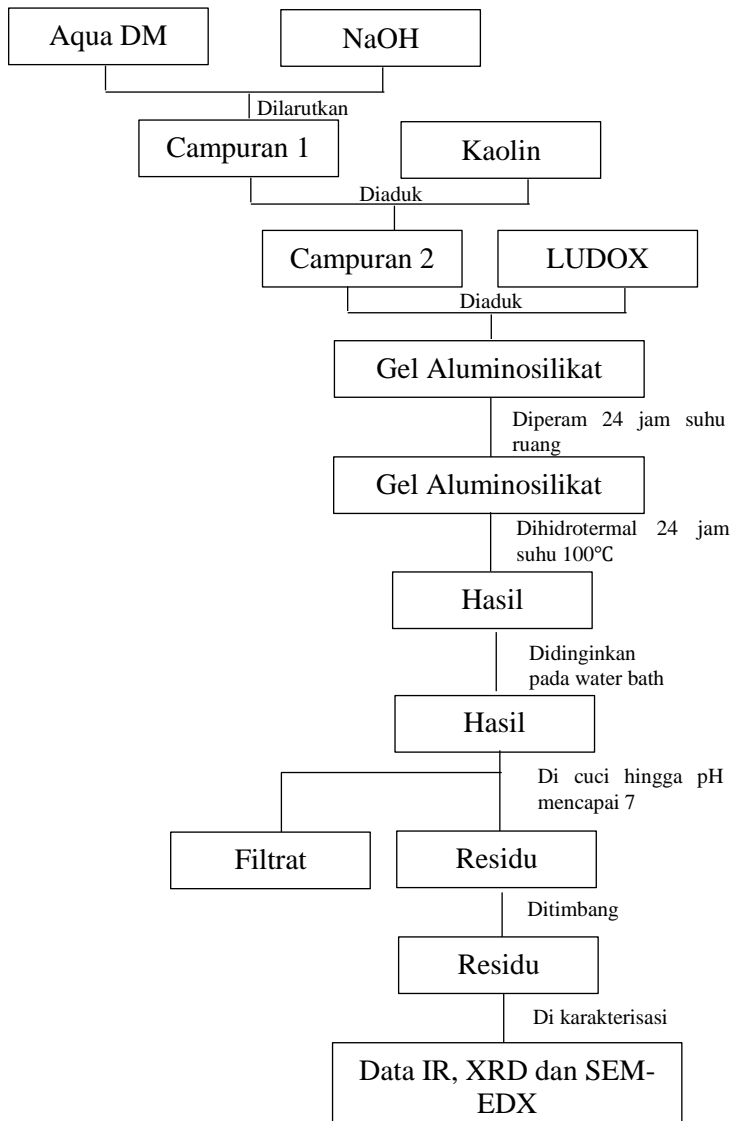
#### A1. Tahap Metakaolinisasi



## A2. Tahap 1 (Zeolit Pemanding)



### A.3 Tahap 2 (Variasi rasio $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ )



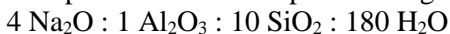
## Lampiran B : Perhitungan Mol Komposisi Zeolit Y

### B1. Persentase Komposisi Bahan

- a)  $\text{NaAlO}_2$ 
  - $\text{Al}_2\text{O}_3 = 50 - 56\%$ , rata-rata =  $53\%$  ( $M_r = 101,96 \text{ g/mol}$ )
  - $\text{Na}_2\text{O} = 40 - 45\%$ , rata-rata =  $42,5\%$  ( $M_r = 62 \text{ g/mol}$ )
  - $\text{Fe}_2\text{O}_3 = 0,05\%$
- b) Kaolin
  - $\text{Al}_2\text{O}_3 = 22 \%$  ( $M_r = 101,96 \text{ g/mol}$ )
  - $\text{SiO}_2 = 45,86 \%$  ( $M_r = 60,09 \text{ g/mol}$ )
- c) LUDOX ( $M_r = 60 \text{ g/mol}$ )
  - $\text{SiO}_2 = 30 \%$  ( $M_r = 60,09 \text{ g/mol}$ )
  - $\text{H}_2\text{O} = 70 \%$  ( $M_r = 18 \text{ g/mol}$ )
- d) Aqua DM ( $M_r = 18 \text{ g/mol}$ )
- e) NaOH pellet =  $99 \%$  ( $M_r = 40 \text{ g/mol}$ )

### B.2 Sintesis Zeolit Y sebagai pembanding

Komposisi molar zeolit pembanding :



- a) 1 mol  $\text{Al}_2\text{O}_3$

$$\text{Gram Al}_2\text{O}_3 = n \times M_r$$

$$\text{Gram Al}_2\text{O}_3 = 1 \times 101,96 \text{ g/mol}$$

$$\text{Gram Al}_2\text{O}_3 = 101,96 \text{ gram}$$

Presentase  $\text{Al}_2\text{O}_3$  pada  $\text{NaAlO}_2$  sebesar  $53\%$ , maka massa  $\text{NaAlO}_2$  adalah :

$$\text{Massa NaAlO}_2 \text{ yang diambil} = \frac{101,96 \text{ g}}{53 \%$$

$$\text{Massa NaAlO}_2 \text{ yang diambil} = 192,3773 \text{ gram}$$

- b) 10 mol  $\text{SiO}_2$

$$\text{Gram SiO}_2 = n \times M_r$$

$$\text{Gram SiO}_2 = 10 \times 60,09 \text{ gr/mol}$$

$$\text{Gram SiO}_2 = 600,9 \text{ gram}$$



Presentase SiO<sub>2</sub> di dalam ludox sebesar 30% maka ludox yang diambil sebesar :

$$\begin{aligned}\text{Massa ludox} &= \frac{\text{Gram SiO}_2}{30\%} \\ &= \frac{600,9 \text{ gram}}{30\%} \\ &= 2003 \text{ gram}\end{aligned}$$

c) 4 mol Na<sub>2</sub>O

Sumber Na berasal dari NaAlO<sub>2</sub> dan NaOH sehingga adanya pengaruh Na<sub>2</sub>O di dalam NaAlO<sub>2</sub> sehingga :

$$\begin{aligned}\text{Gram Na}_2\text{O} &= \text{Gram Al}_2\text{O}_3 \times 42,5\% \\ &= 192,3773 \times \frac{42,5}{100} \\ &= 81,7603 \text{ gram}\end{aligned}$$

Mol Na<sub>2</sub>O yang dituju :

$$\text{Gram Na}_2\text{O} = n \times \text{Mr Na}_2\text{O}$$

$$n \text{ Na}_2\text{O} = \frac{\text{Gram Na}_2\text{O}}{\text{Mr Na}_2\text{O}}$$

$$n \text{ Na}_2\text{O} = \frac{81,7603 \text{ gram}}{62 \text{ g/mol}}$$

$$n \text{ Na}_2\text{O} = 1,318715$$

Na<sub>2</sub>O yang dituju sebesar 4 mol maka :

$$\text{Mol Na}_2\text{O} = \text{Mol Na}_2\text{O teoritis} - \text{Mol Na}_2\text{O yang dituju}$$

$$\text{Mol Na}_2\text{O} = 4 - 1,318715$$

$$\text{Mol Na}_2\text{O} = 2,6812$$

$$\text{Mol Na}_2\text{O} = 2 \times 2,6812$$

$$\text{Mol Na}_2\text{O} = 5,3625$$

Maka massa NaOH yang harus diambil sebesar :

$$\text{Gram NaOH} = n \times \text{Mr NaOH}$$

$$\text{Gram NaOH} = 5,6325 \times 40 \text{ g/mol}$$

$$\text{Gram NaOH} = 214,50273 \text{ gram}$$

d) 180 mol H<sub>2</sub>O

Pengaruh 70% H<sub>2</sub>O dalam ludox maka :

$$\text{Gram H}_2\text{O teoritis} = 70\% \times \text{Gram SiO}_2$$

$$= 70\% \times 2003 \text{ gram}$$

$$= 1402,1 \text{ gram}$$

Pengaruh dari 70% H<sub>2</sub>O membuat mol yang dituju berbeda sehingga :

$$\text{Gram H}_2\text{O teoritis} = n \times \text{Mr H}_2\text{O}$$

$$1402,1 \text{ gram} = n \times 18 \text{ g/mol}$$

$$n \text{ H}_2\text{O} = \frac{1402,1 \text{ gram}}{18 \text{ g/mol}}$$

$$n \text{ H}_2\text{O} = 77,8944$$

$$n \text{ H}_2\text{O} = n \text{ H}_2\text{O teoritis} - n \text{ H}_2\text{O}$$

$$n \text{ H}_2\text{O} = 180 - 77,8944$$

$$n \text{ H}_2\text{O} = 102,10556$$

Sehingga massa H<sub>2</sub>O yang harus diambil sebesar :

$$\text{Gram H}_2\text{O} = n \text{ H}_2\text{O} \times \text{Mr H}_2\text{O}$$

$$= 102,10556 \times 18 \text{ g/mol}$$

$$= 1837,9 \text{ gram}$$

Semua massa bahan dibagi dengan 100, sehingga massa bahan untuk pembuatan keseluruhan adalah :

$$\text{NaAlO}_2 = 192,37 \text{ gram} : 100 = 1,923 \text{ gram}$$

$$\text{LUDOX} = 2003 \text{ gram} : 100 = 20,03 \text{ gram}$$

$$\text{H}_2\text{O} = 1837,9 \text{ gram} : 100 = 18,379 \text{ gram}$$

$$\text{NaOH} = 214,50 \text{ gram} : 100 = \underline{2,145 \text{ gram}} +$$

$$\text{Massa total teoritis} = 42,472 \text{ gram}$$

### B.3 Sintesis Zeolit Y variasi $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$

Komposisi molar pembuatan zeolit melalui tahap metakaolinisasi tanpa tahap *feedstock* :

1)  $x \text{ Na}_2\text{O} : 10 \text{ SiO}_2 : 1 \text{ Al}_2\text{O}_3 : 180 \text{ H}_2\text{O}$

a) 1 mol  $\text{Al}_2\text{O}_3$

Massa kaolin yang dibutuhkan

$$\text{Gram Al}_2\text{O}_3 = n \times \text{Mr}$$

$$= 1 \times 101,96 \text{ g/mol}$$

$$= 101,96 \text{ gram}$$

Presentase  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dalam kaolin adalah 36% maka massa kaolin yang harus diambil :

$$\text{Massa Kaolin} = \frac{\text{Massa Kaolin}}{36\%}$$

$$\text{Massa Kaolin} = \frac{101,96 \text{ gram}}{36\%}$$

$$\text{Massa Kaolin} = 283,222 \text{ gram}$$

b) 10 mol  $\text{SiO}_2$

Massa Ludox yang dibutuhkan adalah :

$$\text{Gram SiO}_2 = n \times \text{Mr}$$

$$= 10 \times 60,09 \text{ g/mol}$$

$$= 600,9 \text{ gram}$$

Presentase  $\text{SiO}_2$  di dalam kaolin sebesar 54,90%, maka pengaruh  $\text{SiO}_2$  di dalam kaolin sebesar

$$\text{Massa Kaolin} = \frac{x}{54,90\%}$$

$$283,222 \text{ gram} = \frac{x}{54,90\%}$$

$$x = 54,90\% \times 283,22 \text{ gram}$$

$$x = 155,48778 \text{ gram}$$

Berdasarkan pengaruh  $\text{SiO}_2$  di dalam kaolin maka massa  $\text{SiO}_2$  dari Ludox adalah :

Massa  $\text{SiO}_2$  dalam Ludox = Gram  $\text{SiO}_2$  – Gram  $\text{SiO}_2(\text{kaolin})$

Massa  $\text{SiO}_2$  dalam Ludox = 600,9 gram – 152,9388 gram

Massa  $\text{SiO}_2$  dalam Ludox = 445,423 gram

Ludox memiliki presentase 30%  $\text{SiO}_2$  di dalam air maka massa Ludox yang diambil sebanyak :

$$\text{Massa Ludox} = \frac{\text{Gram SiO}_2}{30\%}$$

$$\text{Massa Ludox} = \frac{445,423 \text{ gram}}{30\%}$$

$$\text{Massa Ludox} = 1484,743 \text{ gram}$$

c) 4 mol  $\text{Na}_2\text{O}$

Massa NaOH yang harus diambil adalah :

Mol  $\text{Na}_2\text{O}$  pada NaOH = 2 x 4

$$= 8 \text{ mol}$$

Gram NaOH yang dibutuhkan = n x Mr

$$= 8 \times 40 \text{ g/mol}$$

$$= 320 \text{ gram}$$

d) 180 mol  $\text{H}_2\text{O}$

Massa  $\text{H}_2\text{O}$  di dalam air terdemineralisasi sebesar :

Gram teoritis  $\text{H}_2\text{O}$  = n x Mr

$$= 180 \times 18 \text{ g/mol}$$

$$= 3240 \text{ gram}$$

Pengaruh dari Ludox sebesar 70% memengaruhi jumlah air yang akan diambil maka jumlah air di dalam ludox adalah

$$\text{Massa ludox} = \frac{x}{70\%}$$

$$1484,743 \text{ gram} = \frac{x}{70\%}$$

$$x = 70\% \times 1484,743$$

$$x (\text{Massa H}_2\text{O di dalam ludox}) = 1039,320 \text{ gram}$$

Pengaruh 1% kandungan air di dalam NaOH maka jumlah kandungan air di dalam NaOH ialah :

$$\text{Massa NaOH} = \frac{x}{1\%}$$

$$320 \text{ gram} = \frac{x}{1\%}$$

$$x (\text{Massa H}_2\text{O di dalam NaOH}) = 1\% \times 320 \text{ gram} \\ = 3,2 \text{ gram}$$

Jumlah keseluruhan pengaruh H<sub>2</sub>O dalam sintesis zeolit adalah :

$$\text{Jumlah H}_2\text{O} = 1039,320 \text{ gram} + 3,2 \text{ gram}$$

$$\text{Jumlah H}_2\text{O} = 1042,520 \text{ gram}$$

Massa H<sub>2</sub>O yang harus diambil pada air terdemineralisasi sebanyak :

$$\text{Gram H}_2\text{O} = \text{Gram teoritis H}_2\text{O} - \text{Gram H}_2\text{O keseluruhan}$$

$$\text{Gram H}_2\text{O} = 3240 \text{ gram} - 1042,520 \text{ gram}$$

$$\text{Gram H}_2\text{O yang harus diambil} = 2197,479$$

Semua massa bahan dibagi dengan 100, sehingga massa bahan untuk pembuatan keseluruhan adalah :

Kaolin	= 283,22	gram : 100	= 2,832	gram
LUDOX	= 1484,743	gram : 100	= 14,847	gram
H <sub>2</sub> O	= 2197,479	gram : 100	= 21,974	gram
NaOH	= 320	gram : 100	= <u>3,2</u>	gram
Massa total teoritis			= 42,853	gram

Tabel B.4.1 Dilakukan variasi molar  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  4 ; 6 ; 8 dan 10

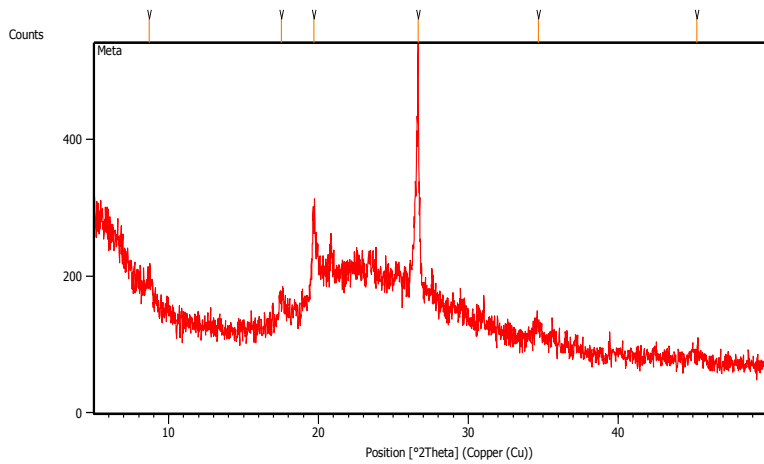
Variasi Molar				
Prekursor	Massa (gram)			
	A(4)	B(6)	C(8)	D(10)
(Metakaolin)	2,8322	2,8322	2,8322	2,8322
Ludox	14,847	14,847	14,847	14,847
H <sub>2</sub> O	21,974	21,959	21,943	21,923
NaOH	3,2	4,8	6,4	8

## Lampiran : Data Karakterisasi

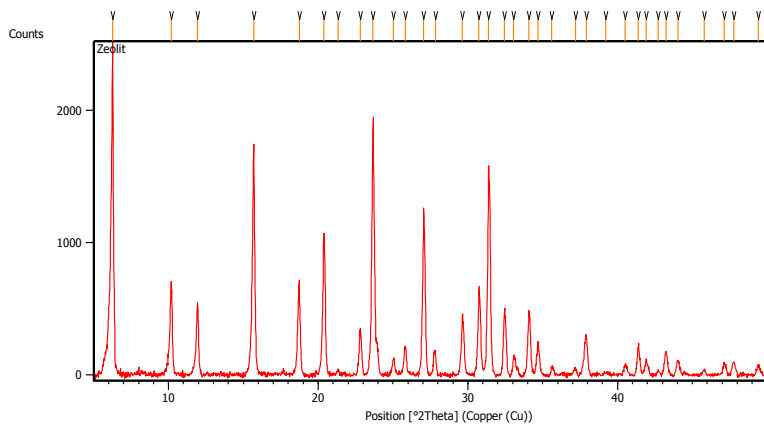
### C1.1 Data XRF Kaolin Bangka Belitung

<u>Unsur</u>			<u>Oksida</u>		
Compound	Conc	Unit	Compound	Conc	Unit
Al	30,6	0%	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	36	0%
Si	51,4	0%	SiO <sub>2</sub>	54,9	0%
K	6,01	0%	K <sub>2</sub> O	2,88	0%
Ca	1,1	0%	CaO	0,58	0%
Ti	0,878	0%	TiO <sub>2</sub>	0,551	0%
V	0,049	0%	V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,03	0%
Fe	6,65	0%	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,37	0%
Cu	0,23	0%	CuO	0,096	0%
Zn	0,05	0%	ZnO	0,02	0%
Rb	0,53	0%	Rb <sub>2</sub> O	0,18	0%
Ni	1,39	0%	NiO	0,585	0%
Mn	0,083	0%	MnO	0,039	0%
Ga	0,11	0%	Ga <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,049	0%
Re	0,2	0%	Re <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	0,08	0%
P	0,93	0%	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,88	0%
Cr	0,077	0%	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,042	0%

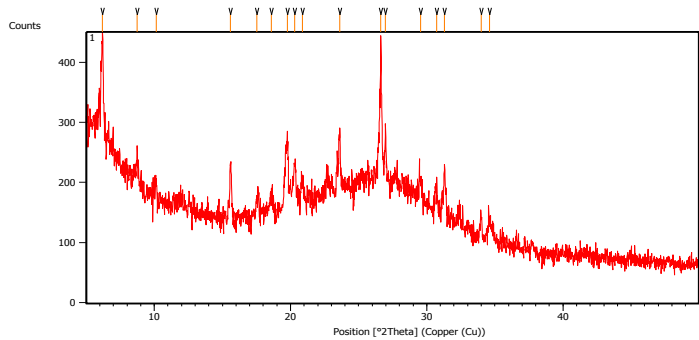
## C2.1 Data Difraksi Sinar-X Metakaolin Bangka Belitung



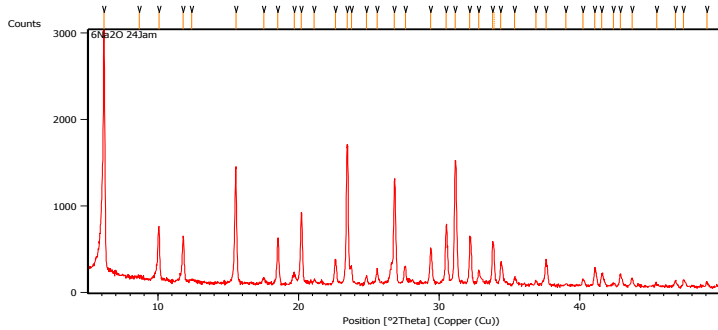
## C2.2 Data Difraksi Sinar-X Zeolit Pemandang



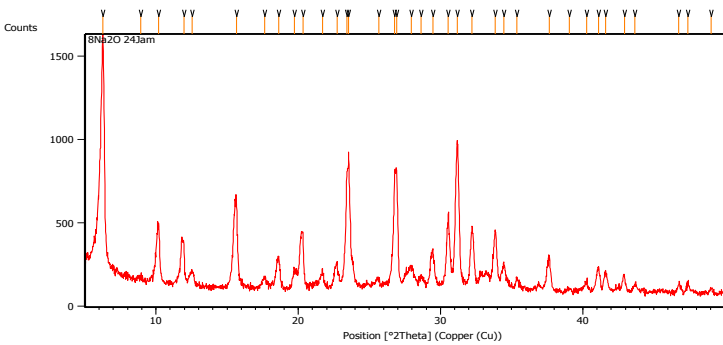
**C2.2 Data Difraksi Sinar-X Variasi Molar 4 Na<sub>2</sub>O**



**C2.3 Data Difraksi Sinar-X Variasi Molar 6 Na<sub>2</sub>O**

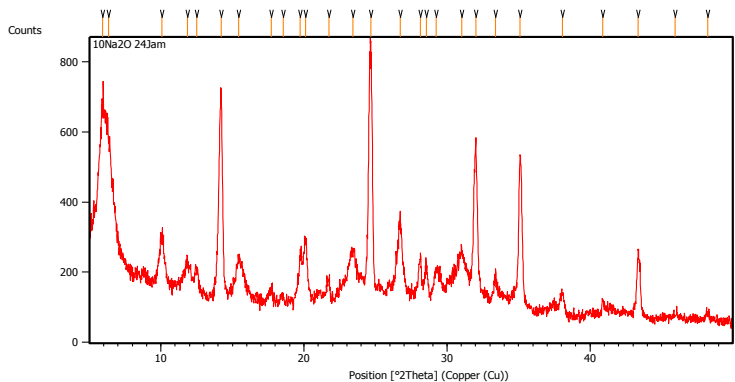


**C2.4 Data Difraksi Sinar-X Variasi Molar 8 Na<sub>2</sub>O**



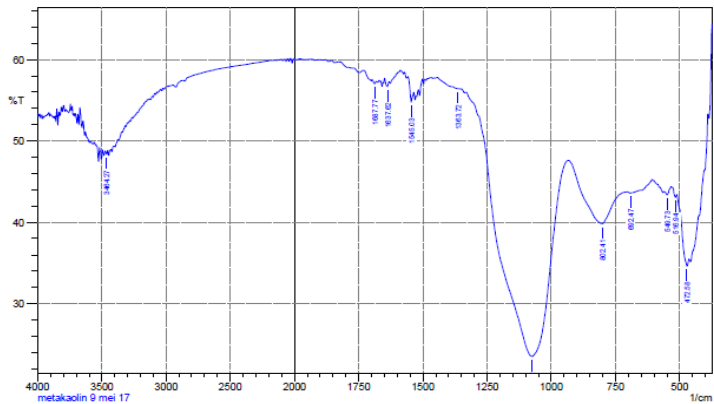


C2.5 Data Difraksi Sinar-X Variasi Molar 10 Na<sub>2</sub>O



C.3 Data FTIR

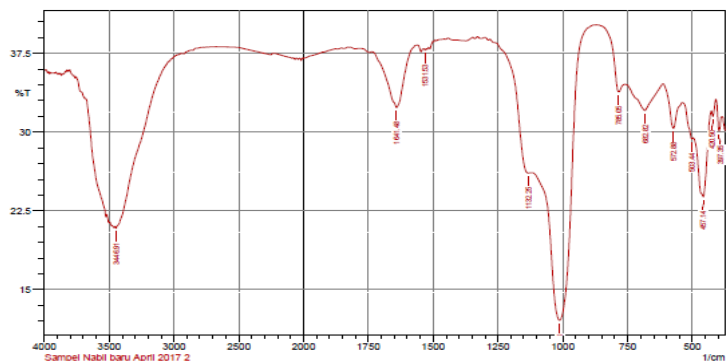
C.3.1 FTIR Metakaolin



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	472.58	34.607	2.232	511.15	464.86	19.371	0.581
2	516.94	43.088	0.631	528.51	511.15	6.272	0.059
3	549.73	43.368	0.668	561.3	534.3	9.691	0.093
4	662.47	43.597	0.194	705.97	650.03	20.062	0.065
5	802.41	39.637	6.472	933.58	711.76	82.042	6.441
6	1076.32	23.62	27.065	1330.93	935.51	175.393	61.771
7	1363.72	66.438	0.033	1444.73	1361.79	20.272	0.069
8	1545.03	64.735	2.072	1558.54	1535.39	5.811	0.153
9	1637.62	66.694	0.735	1649.19	1631.83	4.233	0.092
10	1687.77	67.04	0.354	1697.41	1681.98	3.74	0.023
11	3464.27	48.401	0.423	3473.91	3454.62	6.047	0.041

### C.3.2 FTIR Zeolit Pemandang

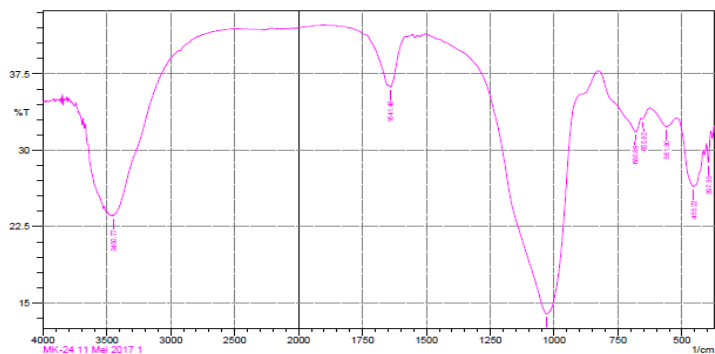
SHIMADZU



Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	397.35	30.063	2.233	408.92	385.78	11.886
2	420.5	31.494	0.908	426.28	408.92	5.561
3	487.14	23.854	7.045	495.72	428.21	38.338
4	503.44	29.367	0.571	538.16	497.65	20.575
5	572.88	30.359	3.287	613.38	538.16	36.832
6	682.82	32.055	2.524	759.98	613.38	69.891
7	785.05	33.819	2.121	862.21	759.98	43.751
8	1012.66	12.087	20.274	1116.62	881.5	145.817
9	1132.25	26.107	0.5	1280.78	1126.47	72.405
10	1531.53	37.809	0.123	1537.32	1527.67	4.066
11	1641.48	32.351	5.845	1737.92	1558.54	80.407
12	3446.91	20.856	0.436	3454.62	3041.84	222.64

### C3.3 FTIR Variasi 4 Na<sub>2</sub>O

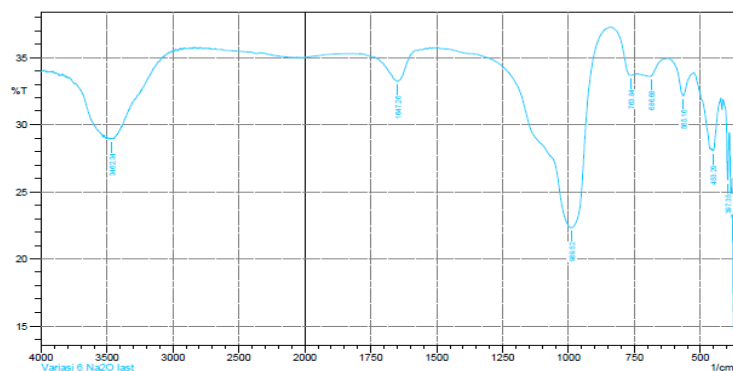
SHIMADZU



Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	397.35	28.768	2.41	405.08	387.7	9.045
2	466.22	26.432	4.611	520.8	418.97	55.232
3	561.3	32.31	1.234	626.89	522.73	50.029
4	655.82	33.078	0.183	659.68	626.89	15.55
5	680.89	31.787	1.944	827.49	659.68	78.188
6	1030.02	13.938	24.875	1458.23	827.49	343.368
7	1641.48	38.209	0.72	1649.19	1579.75	28.062
8	3450.77	23.547	0.136	3456.55	3439.19	10.878

### C3.4 FTIR Variasi 6 Na<sub>2</sub>O

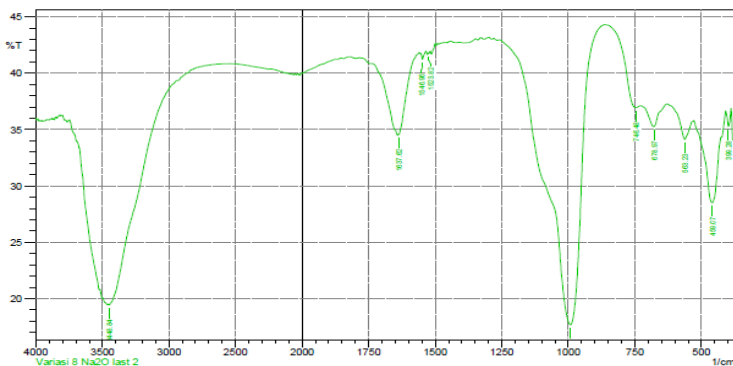
SHIMADZU



Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	397.35	25.85	412.78	391.56	11.295	0.355
2	453.29	28.062	0.573	424.35	17.19	0.136
3	565.18	32.159	2.169	611.45	624.66	0.944
4	686.66	33.623	0.061	688.61	640.39	-0.047
5	763.64	33.673	0.462	837.13	754.19	-0.032
6	989.52	22.318	1369.5	848.71	267.783	38.344
7	1647.26	33.209	2.193	1759.14	1575.89	2.132
8	3462.34	28.649	0.035	3466.2	4.152	0.002

### C3.5 FTIR Variasi 8 Na<sub>2</sub>O

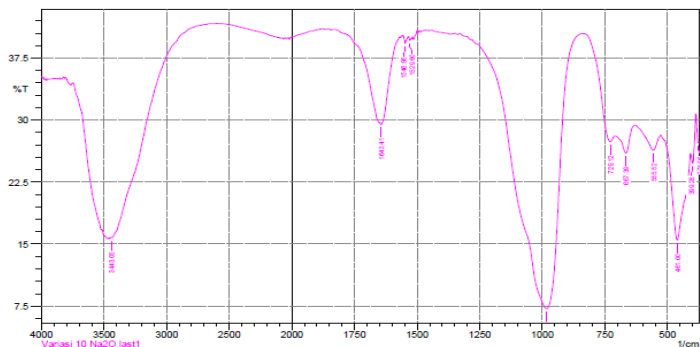
SHIMADZU



Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	399.28	35.272	1.527	406.92	389.63	0.206
2	459.07	28.513	6.219	528.51	428.21	3.983
3	563.23	34.136	2.172	628.81	528.51	0.879
4	678.97	35.272	1.925	729.12	628.81	43.994
5	746.48	36.652	1.105	862.21	729.12	-0.456
6	991.44	17.688	26.182	1259.66	864.14	192.047
7	1523.82	41.79	0.071	1526.74	1518.03	2.918
8	1546.96	41.221	0.665	1556.61	1535.39	9.079
9	1637.62	34.666	0.214	1639.55	1570.11	28.923
10	3448.84	19.439	0.365	3466.55	2941.54	270.883

### C3.6 FTIR Variasi 10 Na<sub>2</sub>O

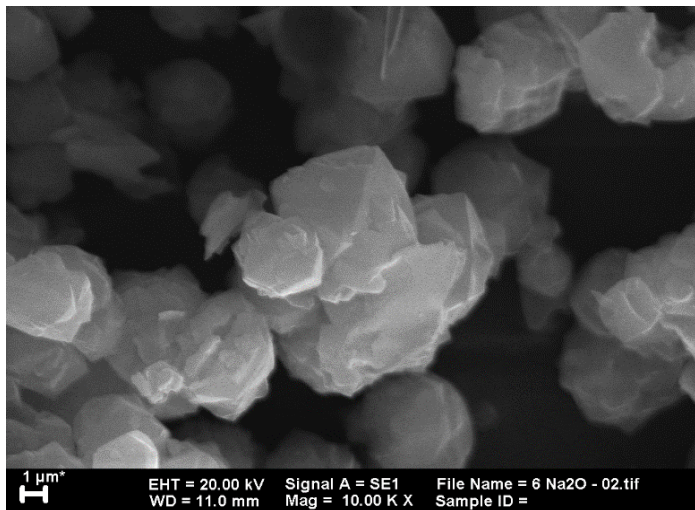
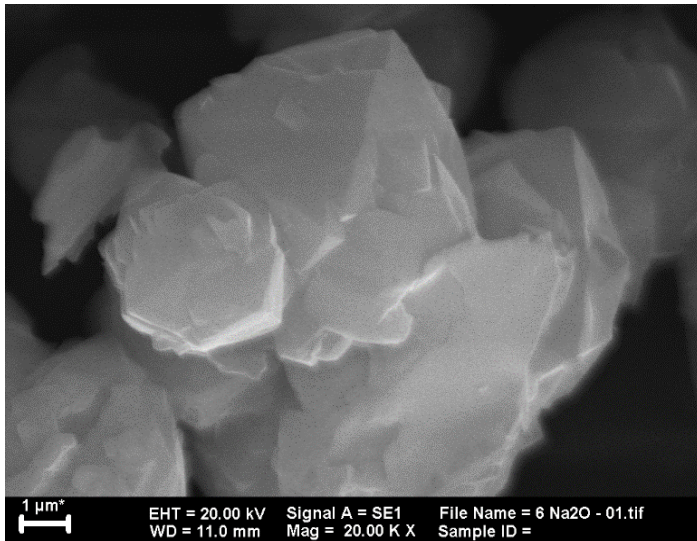
SHIMADZU



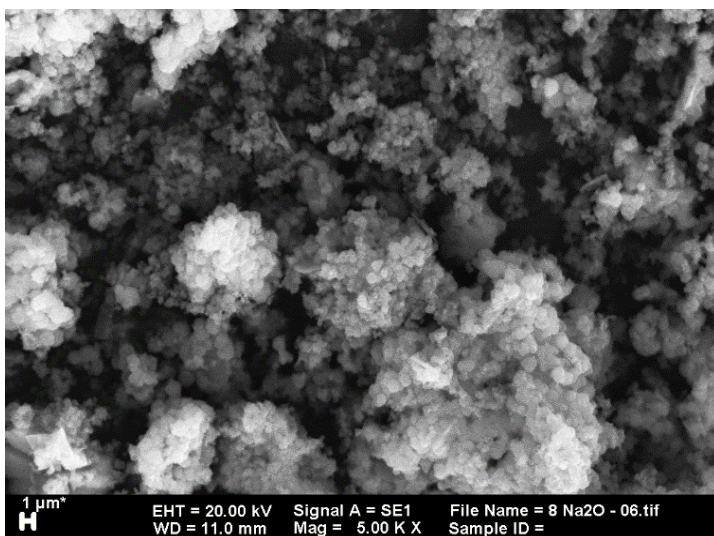
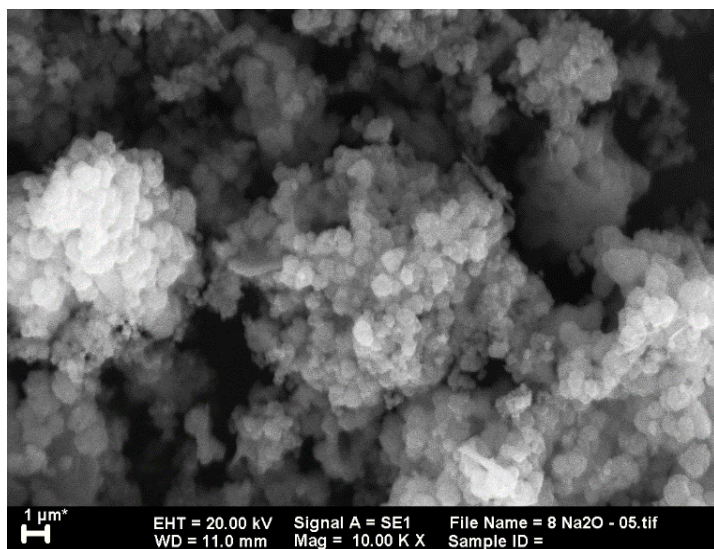
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	378.06	27.224	1.232	385.78	374.2	6.424	0.147
2	399.28	24.782	3.015	408.99	387.7	11.071	0.535
3	461	15.472	11.502	525.58	408.92	78.709	11.915
4	555.52	26.378	2.135	628.81	528.51	55.809	1.543
5	657.39	25.998	2.775	709.83	639.74	44.227	1.4
6	726.12	27.375	2.487	831.35	711.76	56.849	1.29
7	983.73	7.201	32.836	1261.49	840.99	274.421	100.356
8	1529.6	39.632	0.332	1535.39	1525.74	3.857	0.018
9	1545.95	39.241	0.915	1558.51	1535.39	8.494	0.085
10	1643.41	29.453	1.016	1649.19	1572.04	35.474	0.388
11	3443.05	15.742	0.049	3452.7	3437.26	12.382	0.012

## C.4 Mikrograf SEM

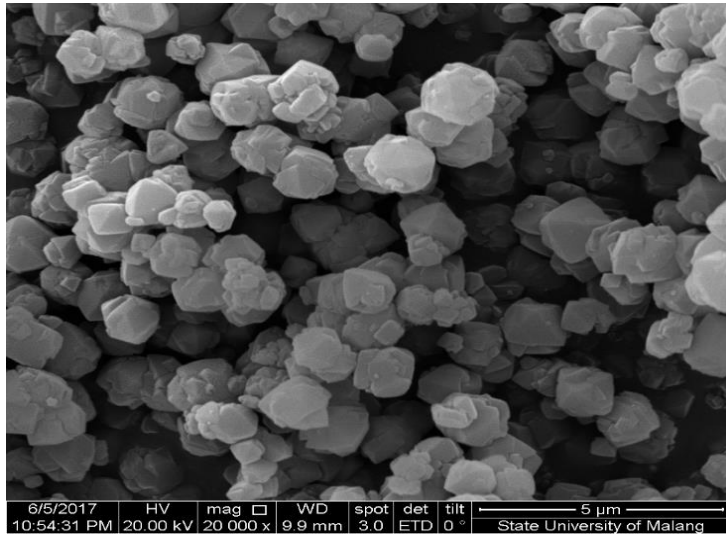
### C.4.1 Mikrograf SEM Variasi 6 Na<sub>2</sub>O



### C.4.2 Mikrograf Variasi 8 Na<sub>2</sub>O



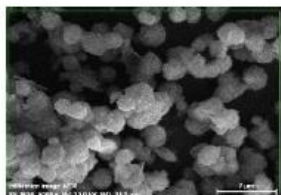
### C.4.3 Mikrograf Zeolit Pemandangan



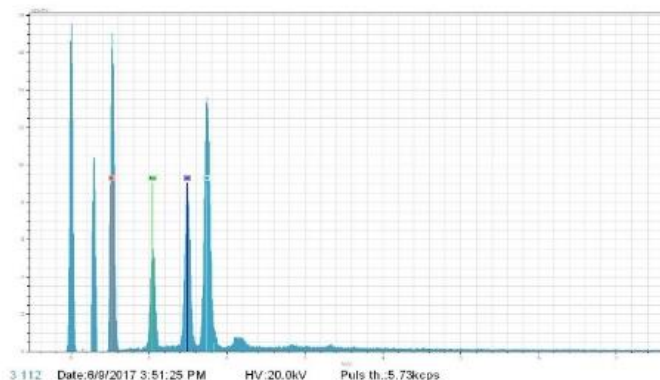
## C.5 Data EDX

### C.5.1 Data EDX Variasi 6 Na<sub>2</sub>O

6Na<sub>2</sub>O



calibration image 4738 Date: 6/9/2017  
3:50:51 PM Image size: 512 x  
384 Mag: 5000x HV: 20.0kV



3112 Date: 6/9/2017 3:51:25 PM HV: 20.0kV Puls th.: 5.73keps

El	AN	Series	un. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Aton. C [at.%]	Error [%]
O	8	X-series	49.48	61.87	72.65	6.8
Si	14	X-series	13.15	16.44	10.99	0.6
Al	13	X-series	9.07	11.34	7.89	0.5
Na	11	X-series	8.28	10.35	8.46	0.5
Total:			79.98	100.00	100.00	

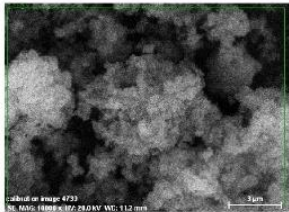
6/9/2017

1. Page

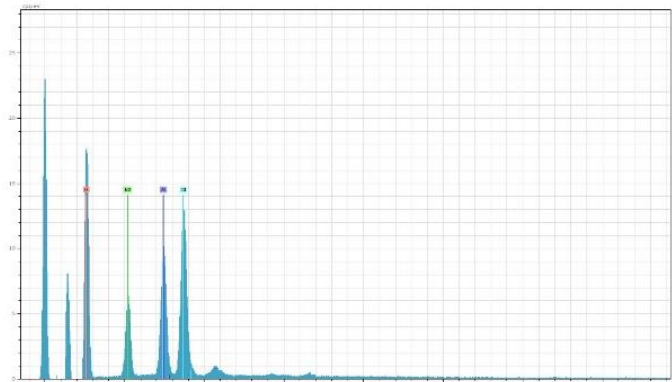


C.5.2 Data EDX Variasi 8 Na<sub>2</sub>O

8Na2O



calibration image 4733 Date: 6/9/2017  
4:06:36 PM Image size: 512 x  
304Mag: 10000x HV: 20.0kV



3 112 Date: 6/9/2017 4:07:10 PM HV: 20.0kV Puls th.: 6.10kcps

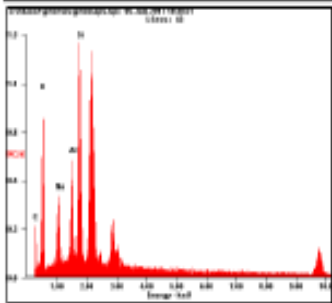
El	AN	Series	Wt%	C norm.	C Atom.	C Error
			[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	[%]
O	8	K-series	49.05	61.24	72.05	5.8
Si	14	K-series	12.26	15.31	10.26	0.6
Al	13	K-series	9.98	12.46	8.69	0.5
Na	11	K-series	8.80	10.99	9.00	0.6
Total:			80.10	100.00	100.00	

6/9/2017

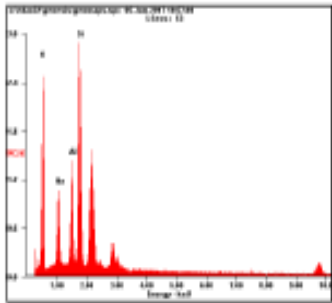
4. Page

C.5.3 Data EDX Zeolit Pembanding

Prepared by: *Laboratorium Sentral FMIPA UM*



Element	Wt%	At%
CK	25.46	35.87
OK	39.32	41.59
NaK	08.26	06.08
AlK	08.76	05.49
SiK	18.20	10.97
Matrix	Correction	ZAF



Element	Wt%	At%
OK	46.05	58.54
NaK	12.47	11.03
AlK	13.12	09.89
SiK	28.37	20.54
Matrix	Correction	ZAF

## BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Nabil Ahmad Rizaldi dan biasa dipanggil Nabil, lahir di Surabaya 24 September 1995 merupakan anak pertama dari Ir Dahsyat Arianto dan Rita Agustina M.Pd. Penulis telah menempuh pendidikan formal di TK Aisyiyah (1999-2001), SD Pemuda Bangsa (2001-2007), SMPN 3 Depok (2007-2010), SMAN 3 Depok (2010-2013). Pada tahun 2013 penulis diterima di jurusan Kimia FMIPA ITS melalui jalur mandiri (PKM) dan terdaftar dengan NRP. 1413100109. Selama perkuliahan penulis aktif di berbagai kegiatan mahasiswaan diantaranya staf dan ketua divisi di departemen sosial HIMKA ITS 2014-2016, staf *Society Petroleum Engineer-Student Chapter ITS*. Pada semester 6 penulis pernah mengikuti kegiatan keilmiah berupa PKM-GT dan lolos didanai oleh DIKTI. Selain itu, penulis juga pernah melakukan Kerja Praktek di Indorama Petrochemicals Cilegon di divisi produksi dan QC/QA selama kurang lebih 1 bulan. Pada akhir masa studi penulis melakukan penelitian tentang “Pengaruh variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  zeolit Y pada tahap pembentukan metakaolinisasi” di bawah bimbingan Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc. Penulis menyadari bahwa penulisan tugas akhir ini masih jauh dari sempurna, oleh karena itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun. Penulis dapat dihubungi pada

[Email : nabil.its13@gmail.com](mailto:nabil.its13@gmail.com)  
[+6282231189891](tel:+6282231189891)

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***